

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 28 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2010 ～ 2012

課題番号：22360301

研究課題名（和文）超微細粒形成機構解明とそれを活用する「インテリジェント鍛造」の創成

研究課題名（英文） Intelligent forging and grain refinement

研究代表者

千葉 晶彦 (Chiba Akihiko)

東北大学・金属材料研究所・教授

研究者番号：00197617

研究成果の概要（和文）：

開発合金である COBARION (CCM 合金) の相当材について、鍛造、および伸線加工などの熱間加工における加工条件を最適化するため、その指標となる Processing map の構築を行った。また、さらなる高精度化のため、微細組織観察を行い、微細組織観察結果と Processing map の対応を行った。ひずみ 0.6 において、COBARION-LC、および COBARION-HC のどちらの合金においても、Processing map の予測と微細組織はほぼ対応していた。また、Instability map の塑性安定領域 (Stable) において、動的再結晶による微細化の可能性が示唆された。

研究成果の概要（英文）：

Developed alloys, CCM alloys, have been forged on the basis of the Processing map in order to optimize condition of hot forging. Processing map has been constructed in detailed by considering observation of microstructure using EBSD, XRD and TEM. We have revealed that the microstructure observation and consideration of processing map are in good agreement; Instability map can be used to identify the occurrence of the dynamic recrystallization.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	9,500,000	2,850,000	12,350,000
2011 年度	3,000,000	900,000	3,900,000
2012 年度	1,900,000	570,000	2,470,000
年度	0	0	
年度	0	0	
総計	14,400,000	4,320,000	18,720,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：Co-Cr-Mo 合金、Processing map、インテリジェント鍛造

1. 研究開始当初の背景

本研究グループでは、長年にわたって生体用 Ni フリー Co-Cr-Mo 合金の研究を行ってきた。Ni フリー合金への窒素添加により、 γ -fcc 相の安定化に加えて σ 相の析出も抑制する^[1]ことが解明され、塑性加工性の改善がなされた。そして、本クラスター研究フ

ロジェクトにおいて、岩手発の Ni フリー Co-Cr-Mo 合金である、“COBARION”の開発に成功した。現在、COBARION は人工股関節システムや骨頭、ステントなどの医療用としてだけでなく、一般産業用製品の材料としても期待されており、様々な形状への

加工に加えて、適切な材料強度が多く要求されている。

金属、合金を熱間で鍛造する際、鍛造条件を選ぶことにより動的再結晶を発現させ組織を微細化することが可能である。ここで動的再結晶を発現させる鍛造条件は、加工温度に加え、加工ひずみ、加工速度（ひずみ速度）によって一意的に決定することができる。最近、著者らの研究グループにより、Co-Cr-Mo 合金の Processing Map について研究がなされた。Processing Map とは熱間鍛造性の定量的評価法として、Prasadらにより提案されたものであり、動的 material model (DMM) に基づいた Power dissipation map と Instability map から構成されている。Power dissipation map は、加工条件（ひずみ、ひずみ速度、温度）に対して、エネルギー分散効率 η をプロットしたものであり、熱間加工により生じる組織変化を定量的に評価することが可能である。また、Instability map は Ziegler により提案され、熱間加工における塑性不安定性を予測するものであり、熱間加工による組織変化、微細組織形成への影響を評価し、割れや塑性不安定性などが生じない最適加工条件を選定する指標として利用できる。

2. 研究の目的

そこで、FEM 解析に基づいた鍛造シミュレーションを用い、鍛造シミュレーション結果の意味づけとして Processing Map から得られる情報を活用することにより、熱間鍛造加工後の材料内部組織を最適に制御可能な加工技術の開発が期待される。本研究では、開発した COBARION-LC および COBARION-HC の相当材について Processing map を作成したその後、実際の微細組織観察結果と対応させることによりマップの高精度化を行い、COBARION の最適加工条件の検討を行った。

3. 研究の方法

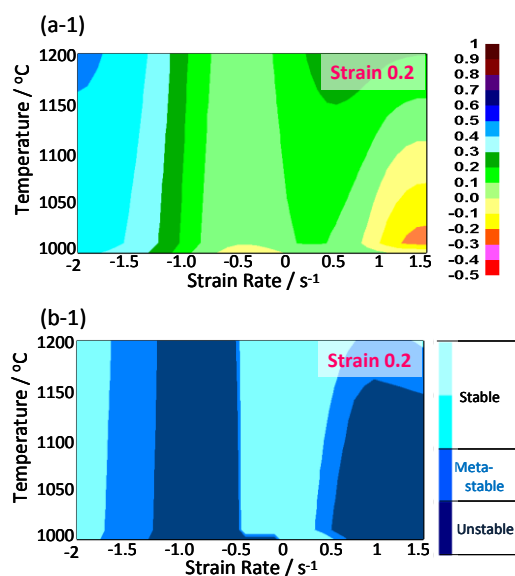
(1) 高温圧縮試験

熱間鍛造後のインゴットより円柱状の単軸圧縮試験片を用いて切り出した。その際、圧縮試験片の採取は結晶粒が均一な等軸晶組織である外周部より切り出した。円柱状試験片のサイズは、直径 8 mm、高さ 12 mm で、上面および底面には溝掘り加工を施し

た。溝掘り加工の深さは 0.1mm とした。

高温での単軸圧縮試験は、熱間加工シミュレーターを用いて行った。本装置は、加工温度、ひずみ速度、ひずみ量などの加工条件を厳密に制御することが可能であり、また冷却ガスや冷却水による圧縮試験後試験片の冷却が可能であることから熱間加工性の評価を中心とする同様の研究に用いられている。圧縮試験後直ちに試験片を急冷することで高温変形組織を凍結することが可能であるため、高温変形による微細組織変化を詳細に室温において観察することが可能である。本研究においては次の条件にて単軸圧縮試験を行った。試験温度: 1273 ~ 1473 K、ひずみ速度: $10^{-2} \sim 30 \text{ s}^{-1}$ 、圧縮率: 60% である。また、試験片とアンビル間の摩擦が大きくなると試験片内部の不均一変形が顕著となるため、潤滑剤として雲母薄片とカーボンペーパーを用いた。試験片は $1.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 以下の真空中で高周波誘導加熱により昇温速度: 5 K s^{-1} で目標温度まで加熱し、300 s の均熱処理を行った後に圧縮した。試験後は N_2 と He の混合ガスにより冷却速度 50 K s^{-1} で室温まで急冷した。熱間圧縮試験における真応力-真ひずみ曲線は得られた荷重-変位データより均一変形を仮定して計算した。

図 1 COBARION-LC 相当材のひずみ 0.2 に



における Processing map

a-1: パワー分散効率マップ、b-1: Instability マップ

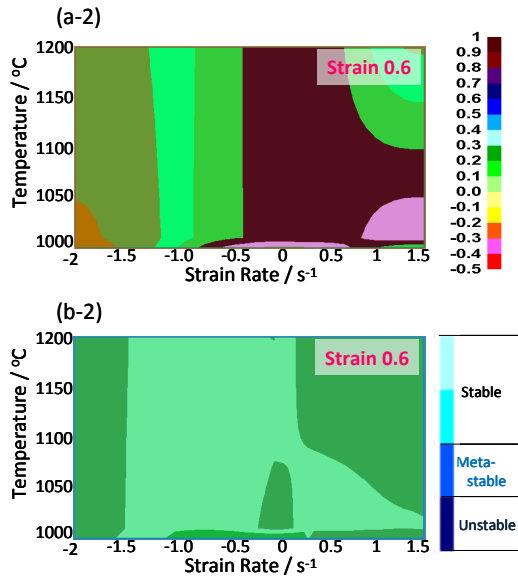


図2 COBARION-LC 相当材のひずみ 0.6 における Processing map
a-2: パワー分散効率マップ、b-2: Instability マップ

(2) 微細組織観察

熱間鍛造後の微細組織を調査するために、EBSD(電子線後方散乱回折)を用いた。

4. 研究成果

(1) 開発合金 COBARION-LC の Processing map

図1及び図2は、それぞれ Co-29Cr-6Mo-0.16N 合金における、ひずみ 0.2、および 0.6 におけるパワー分散効率マップと instability マップを示している。図1のひずみ 0.2 において、パワー分散効率の変化はひずみ速度に依存している(a-1)。また、ひずみ速度 $10^{-1} \sim 10^{-0.5} \text{ s}^{-1}$ 、 $10^{0.5} \sim 10^{1.5} \text{ s}^{-1}$ の範囲で塑性不安定領域がみられる(b-1)。一方、図2に示したひずみ 0.6 においては、0.2 の時に比べてパワー分散効率の依存性はみとめられず(a-2)、また、塑性不安定領域は極めて少ない(b-2)。しかし、ひずみ速度が $10^{-1.5} \sim 10^{0.5} \text{ s}^{-1}$ では全温度領域において準安定領域が観察される。

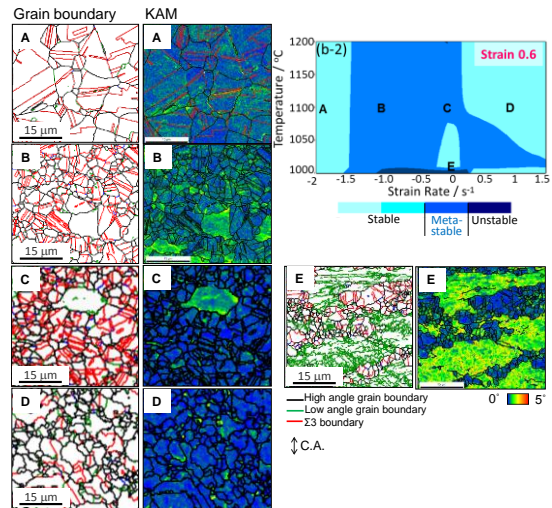


図3 COBARION-LC 相当材のひずみ 0.6 における微細組織 (Grain boundary map、 KAM map)

構築された Processing Map の信頼性 (組織との対応関係) を調べるため、各領域において微細組織観察を行い、Processing map と対応させた。

図2に示すひずみ 0.6 における Instability map より、A~E の各領域における熱間圧縮後の微細組織について、EBSD 観察結果を図3-3に示す。A~E の領域について、それぞれ Grain boundary map と KAM(kernel average misorientation) map を示している。

図3より、Instability マップに示す(A)および(D)に示される領域は塑性安定領域であり、(B)、および(C)に示される領域は塑性準安定領域である。また(E)の領域は塑性不安定領域を示す。また、この材料の初期組織の結晶粒径は $35\text{-}50 \mu\text{m}$ である。図3に示す組織観察結果より、すべての領域において組織の微細化が起きていることが確認されるが、領域によって微細粒の粒度、粒度分布、及び残留ひずみが異なることが分かった。図3(A)および図3(D)より、塑性安定領域を示すA、およびDの領域には、割れや、シェアバンド、応力集中などは観察されていない。この結果は Processing map による予測と一致する結果となった。しかし、結晶粒径に差がみられた。一般的にパワー分散効率マップでは、動的再結晶が起こる場合、変形温度が $0.7\text{-}0.8T_m$ (T_m :

melting point)の温度域で低積層欠陥エネルギー(SFE)を有する金属・合金系の分散効率の値は 20~30%程度であるとされる。図 2(a-2)より、領域 D のパワー分散効率は 10~30%を示していることから、動的再結晶が生じたことにより結晶粒が微細化され、残留する内部ひずみが少ない組織を示していると考えられる。

図 3 (B)および図 3 (C)より、塑性準安定領域である B および C 領域では、領域 D と同様に動的再結晶による結晶粒の微細化がみられるが、塑性安定領域の D に比べて、粒径にばらつきがみられ、不均一組織を呈している。

また、図 3 (E)より、塑性不安定領域である E の領域では、結晶粒内部に残留ひずみが多く、結晶粒微細化はみられていない。

Chiba らの研究によると、1050 °C以下の温度で、低ひずみ速度においてσ相が析出することが指摘されており、この場合は、材料の力学特性を劣化させるためこの熱間加工条件は採用されるべきではないとしている。塑性不安定の領域 E においては、明らかに残留内部ひずみが存在する不完全な動的再結晶粒が多く観察される。この結果についても、作成した Processing map の予測と一致する結果となった。

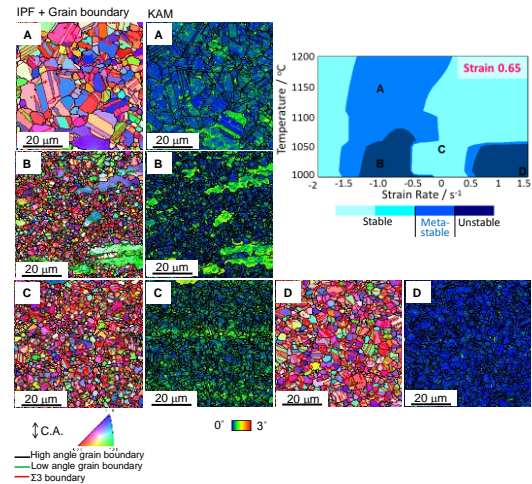
以上より、Co-29Cr-6Mo-0.16N 合金の Processing map と実際に得られる組織は、多くの領域では予測と一致することが示唆された。また、パワー分散効率が 20-30%であり、塑性安定領域を示す加工条件において、動的再結晶による組織微細化が可能であることが示唆され、ひずみ 0.6 においては、1323K~1473K の加工温度域かつひずみ速度が 1.0~30 s⁻¹ が最適条件であることが推測された。

(2) 開発合金 COBARION-HC の Processing map

図 3-4 は、それぞれ Co-29Cr-6Mo-0.23C-0.16N 合金における、ひずみ 0.65 におけるパワー分散効率と instability マップを示している。これより、Co-29Cr-6Mo-0.23C-0.14N 合金では 1323K~1473K の加工温度域かつひずみ速

度が 1.0~30 s⁻¹ が最適条件であることが示唆された。また、加工温度

図 4 COBARION-HC 相当材のひずみ 0.65



における Processing map

a: パワー分散効率マップ、b: Instability マップ

1273K~1323K、ひずみ速度 10~30 s⁻¹ の領域は塑性不安定領域となることが Instability map から読み取れる Processing map から得られた最適鍛造条件の領域および塑性不安定領域において微細組織観察を行い、補正したデータを用いて構築された Processing map 組織との対応関係を確かめた。

図 4 b-2 に示すひずみ 0.65 における Instability map より、A~D の各領域を選択した。A と C で示される領域は Processing map から塑性安定領域であると予測されており、B および D の領域は塑性不安定領域であると予測されている。この 4 つの各領域において EBSD を用いて熱間圧縮後の組織観察を行った。その結果を図 5 に示す。それぞれ A~D の領域について、IPF map および KAM(kernel average misorientation) map を示している。

これらの組織観察結果から、A および C の領域では図 5(A)、および図 5 (C)より、割れや、シェアバンド、応力集中などは観察されず、動的再結晶により比較的均一な結晶粒微細化が確認される。この結果は Processing map による予測と一致する結果となった。続いて塑性不安定領域である B の領域における図 5(B)についてみると、

動的再結晶により微細化した部分とまだ再結晶されていない残留ひずみの高い未再結晶部の組織が観察された。この結果も Processing map による予測と良く

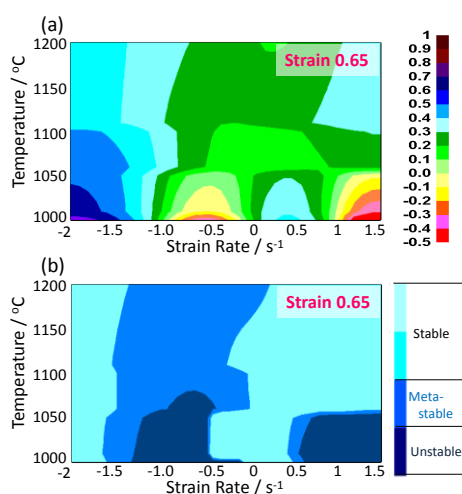


図 5 COBARION-HC 相当材のひずみ 0.65 における微細組織 (Grain boundary map、 KAM map)

一致する結果となった。一方、塑性不安定領域であると予測された D の領域では、残留ひずみや未再結晶部のない、極めて均一かつ微細な動的再結晶後の組織が得られた (図 5 (D))。この条件にお

いて Processing map の予測と実際に得られた組織が対応していない理由は、1273 K、 30 s^{-1} における主要な変形過程が双晶によるものであることが考えられる。高ひずみ速度条件下の加工により、この双晶の爆発的な形成が組織を微細化させた可能性があることを示唆している。Fe や Mg 合金を基に作成された動的な材料モデルを使用している Processing map では、変形双晶形成は塑性不安定領域として整理されている可能性がある。しかし、積層欠陥エネルギーが高温でも極めて低い本合金では、双晶を形成するために必要となる臨界応力がすべりと同程度に低く、双晶界面の応力集中が少ない。このような違いから、Processing map による予測と実際の組織が対応しない条件が出現したと推測される。

以上より、Co-29Cr-6Mo-0.23C-0.14N 合金の Processing map と実際に得られる組織は一部対応しない領域はあったものの、多

くの領域では予測と一致することが示唆された。また、ひずみ 0.6 において、1323K~1473K の加工温度域かつひずみ速度が $1.0\sim 30 \text{ s}^{-1}$ が最適条件であることが推測された。

本研究では、開発した COBARION の相当材について、Processing map を作成した。また、Processing map と実際に得られる微細組織との対応を調査し、その信頼性を確かめた。COBARION-LC および COBARION-HC のそれぞれの Processing map から予測される微細組織と実際の微細組織は、多くの領域で一致しており、高精度な Processing map として、加工条件の最適化に適用可能であることが示された。

また、COBARION のひずみ 0.6 における最適加工条件は、LC 材、HC 材ともに、1323 K~1473 K の加工温度域かつひずみ速度が $1.0\sim 30 \text{ s}^{-1}$ が最適条件であることが推測された。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 45 件)

1. Yuichiro Koizumi, Sho Suzuki, Kenta Yamanaka, Byoung-Soo Lee, Kazuhisa Sato, Yunping Li, Shingo Kurosu, Hiroaki Matsumoto, Akihiko Chiba, “Strain-induced martensitic transformation near twin boundaries in biomedical Co–Cr–Mo alloy with negative stacking fault energy”, Acta Materialia, Volume 60, Issues 6-7, April 2012, Pages 2901 - 2915. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.041>)

2. Manami Mori, Kenta Yamanaka, Shigeo Sato, Kazuaki Wagatsuma, Akihiko Chiba, “Microstructures and Mechanical Properties of Biomedical Co-29Cr-6Mo-0.14N Alloys Processed by

Hot Rolling”, Metallurgical and Materials Transactions A, 43A (2012) 3108–3119.

<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-012-1156-y>

3. Kenta Yamanaka, Manami Mori, Akihiko Chiba, “Origin of Significant Grain Refinement of Biomedical Co-29Cr-6Mo Alloy without Severe Plastic Deformation”, Metallurgical and Materials Transactions A, 43A (2012) 4875-4887.

<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-012-1303-5>

〔学会発表〕(計 150 件)

1. 陳妍、黒須信吾、李云平、松本洋明、小泉 雄一郎、千葉晶彦, Tribology of Artificial Hip Joints Made of Co-Cr-Mo Alloys, 日本金属学会 2012 年秋期講演 (第 151 回), 平成 24 年 9 月 17 日, 松山.
2. 光延卓哉、李秉洙、小泉雄一郎、千葉晶彦, 生体用 Co-Cr-Mo-N 合金の引張-圧縮変形におけるひずみ誘起マルテンサイト変態, 日本金属学会 2012 年秋期講演 (第 151 回)、平成 24 年 9 月 17 日, 松山.
3. 千葉晶彦、山中謙太、黒須信吾、小泉雄一郎、李云平、松本洋明, 生体用 Co-Cr 合金の組織制御と力学特性改善, 日本金属学会 2012 年秋期講演 (第 151 回), 平成 24 年 9 月 18 日, 松山.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 20 件)

名称 : Co-Cr-W 基合金熱間加工材、焼鈍材、鍛造材、均質化熱処理材、及び Co-Cr-W 基合金熱間加工材の製造方法、焼鈍材の製造方法
発明者 : 山中謙太、千葉晶彦

権利者 : 国立大学法人東北大学、株式会社エイワ

種類 : 特許

番号 : 特願 2012-203683

出願年月日 : 平成 24 年 9 月 14 日

国内外の別 : 国内

○取得状況 (計 0 件)

名称 :

発明者 :
権利者 :
種類 :
番号 :
取得年月日 :
国内外の別 :

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

千葉 晶彦 (CHIBA AKIHIKO)
東北大学・金属材料研究所・教授
研究者番号 : 00197617

(2) 研究分担者

松本 洋明 (MATSUMOTO HIROAKI)
東北大学・金属材料研究所・助教
研究者番号 : 40372312

(3) 研究分担者

李 云平 (LI YUNPING)
東北大学・金属材料研究所・助教
研究者番号 : 80546862

(4) 研究分担者

小泉 雄一郎 (KOIZUMI YUICHIRO)
東北大学・金属材料研究所・准教授
研究者番号 : 10322174