

博士論文要旨

論文題名：SPD-PM プロセスにより形成される微細組織の結晶学的特徴に関する研究

立命館大学大学院理工学研究科
機械システム専攻博士課程後期課程

ナガノ ケンタロウ

長野 健太郎

近年、金属材料に求められる特性として、水素吸蔵や、生体適合といった、従来存在しなかった分野への対応が求められており、その過程で新たな希少元素の枯渇を引き起こす懸念が指摘されている。また、既存の用途に使う材料についても、より高性能な材料に代替することによって、使用する材料を低減することや、軽量化による金属材料以外の省資源化、多くのレアメタルに含まれる有害特性の低減など、多種の方面の要件を満たす材料が求められている。そのため、現在の材料開発においては、既存の材料の機械特性を向上させることにより、希少元素への依存度の低下や希少元素の使用量を低下させることを念頭において開発が行われている。金属材料の機械特性の中でも特に重要な高強度化の手法は、大きく分けて固溶強化、析出強化、転位強化、結晶粒微細化強化の4つが用いられているが、強度と靱性を高いレベルで維持することは困難であると考えられていた。しかし、金属材料に強ひずみを与えて微細組織を作製する手法において、強度と延性が同時に向上することが複数の材料で報告されている。また、強度の向上だけにとどまらず、様々な機能特性を高めることができることが報告されており、強ひずみによって形成される組織は既存の材料に形成される組織とは異なる可能性が指摘されている。

このように強ひずみを用いて作製される材料には多用途に使用することができる可能性を秘めているとして期待されているが、強ひずみを加えた後に形成される組織や変形組織の方位関係については、いまだに未解明な点が多い。そこで、本論文は、強ひずみ加工を加えた金属材料に形成される微細組織の結晶学的特徴を明らかにすることを目的としている。近年、結晶学的特徴の把握のために後方散乱電子回折法 (Electron-Back-Scatter-Diffraction : EBSD) を用いるが、本研究では EBSD によって取得されるデータを基により詳細な解析が行える手法について考察を行い、その手法を基に強ひずみ加工を加えた金属材料に形成される組織の解析を行った。

粉末超強加工の一種であるメカニカルミリングを施すことにより、粉末表面部にナノ結晶粒を持つ加工層を持つ粉末を作製することができる。このような粉末を焼結することにより、微細結晶粒領域 (Shell) が粗大結晶粒領域 (Core) を包み込むように3次元の連結した網目構

造を持つ調和組織構造を形成することができる。先行研究では、 β 型チタン合金の一種である Ti-25Nb-25Zr (TNZ) 合金に調和組織構造を適応した際に、強度と延性の向上が見られることが報告されている。本研究での組織解析の結果、Ti-25Nb-25Zr 調和組織材に見られる強度と延性の向上には、調和組織による強度と延性の両立だけではなく、メカニカルミリング加工時に混入した Fe 元素の濃度の上昇により、調和組織を持つ TNZ 合金の Core の変形挙動は、 $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶変形からすべり変形に変化することが明らかになった。また $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶変形から変化したすべり変形と $\{332\}\langle 113\rangle$ 双晶変形は、共通の $\langle 110\rangle$ 軸回転で形成される特徴を有する Transition - Deformation - Band (TDB) を形成する。TDB は Fe 元素濃度の増加による $\{332\}\langle 113\rangle$ 変形双晶形成の臨界応力の増大により、形成されることが明らかになった。

($\alpha + \gamma$)2 相ステンレス鋼である SUS329J1 に超強加工である High-Pressure-Torsion (HPT) 加工を適応した際に形成される組織の結晶方位関係の特異性について、通常の粉末焼結体で形成される組織の結晶方位関係との比較を交えつつ、考察を行い、HPT 材には強い異方性が見られることに加え、均一材に観られない固有の結晶方位関係を持つことを示した。他金属で見られた特徴と比較した結果、HPT 材に見られる結晶学的特徴を有することは優れた力学的特性を示す可能性があることが明らかとなった。

Abstract of Doctoral Dissertation

Title: Study of Crystallographic Characteristics of Microstructures in Severe Plastic Deformation-Powder Metallurgy (SPD-PM) Processed Compacts

Doctoral Program in Advanced Mechanical Engineering and Robotics
Graduate School of Science and Engineering
Ritsumeikan University

ナガノ ケンタロウ
NAGANO Kentaro

In recent years, metal alloys have been required to meet the needs for hydrogen storage, biocompatibility, and other properties that did not exist in the past, and there is a concern that this process will lead to the depletion of new rare-metals. In addition, there is a need for materials that satisfy requirements in many different directions, such as reducing the materials used for existing applications by replacing them with higher-performance materials, saving resources other than metallic materials by making them lighter, and reducing the hazardous properties contained in many rare-metals. Therefore, current materials development is conducted with the aim of improving the mechanical properties of existing materials, thereby reducing dependence on rare elements and decreasing the number of rare elements used. Four major methods are used to increase the strength of metallic materials, which is particularly important among their mechanical properties: solid solution strengthening, precipitation strengthening, dislocation strengthening, and grain refinement strengthening. However, it has been reported that strength and ductility can be simultaneously improved in several materials by a technique in which microstructures are produced by applying strong strain to metallic materials. It has also been reported that not only increased strength, but also various functional properties can be enhanced, and it has been pointed out that the microstructure formed by strong strain may be different from that formed in existing materials.

Although materials produced using such severe strain are expected to have the potential for versatile use, there are still many unanswered questions regarding the orientation relationship of the microstructure and deformation microstructure formed after the application of severe strain. Therefore, the purpose of this paper is to clarify the crystallographic characteristics of microstructures formed in metallic materials subjected to severe strain working. In recent years, Electron-Back-Scatter-Diffraction (EBSD) has been used to determine crystallographic features. The microstructures formed in metallic materials subjected to high strain processing were analyzed based on this method.

Mechanical milling, a type of ultra-hard powder processing, can be used to produce powders with a processed layer of nanocrystal grains on the surface of the powder. By sintering such powders, a harmonic microstructure with a three-dimensional interconnected mesh structure can be formed, in which the fine grain region (shell) envelops the coarse grain region (core). In a previous study, it was reported that an increase in strength and ductility was observed when the harmonic microstructure was applied to a Ti-25Nb-25Zr(TNZ) alloy, a type of β -type titanium alloy. The result of microstructural analysis in this study revealed that the increase in strength and ductility observed in the Ti-25Nb-25Zr harmonic structure material is not only due to the harmonic structure, but also to the increase in the concentration of Fe elements mixed during the mechanical milling process, which changes the deformation behavior of Core in TNZ alloys with harmonic structure from $\{332\}\langle 113\rangle$ twinning deformation to sliding deformation. In addition, the slip deformation and $\{332\}\langle 113\rangle$ twin deformation, which changed from $\{332\}\langle 113\rangle$ twin deformation, formed a Transition - Deformation - Band (TDB) with the characteristic of forming at a common $\langle 110\rangle$ axis rotation, which was found to be formed by increasing critical stress of $\{332\}\langle 113\rangle$ deformation twin formation due to an increase in the concentration of Fe elements. The peculiarity of the crystallographic orientation relationship of the microstructure formed in $(\alpha+\gamma)$ 2-phase stainless steel SUS329J1 by ultra-high-pressure-torsion (HPT) machining is discussed, with a comparison to the crystallographic orientation relationship of the microstructure formed in ordinary powder sintered materials. As a result, it was shown that the HPT material has not only strong anisotropy, but also a unique crystallographic orientation relationship that is not observed in the homogeneous material. The results of the comparison with the features found in other metals indicate that the presence of crystallographic features found in HPT material may indicate superior mechanical properties.