

氏名	田崎 亘
学位の種類	博士（工学）
学位記番号	博甲第8982号
学位授与年月日	平成31年3月25日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当
審査研究科	数理物質科学研究科
学位論文題目	Co-Cr-Mo-Ni合金およびFe-Mn-Si合金の変形挙動と低サイクル疲労特性に与える相安定性の影響
主査	筑波大学教授(連係大学院) Ph.D. 土谷浩一
副査	筑波大学教授 工学博士 金 熙榮
副査	筑波大学准教授(連係大学院) 博士(工学) 渡邊育夢
副査	物質・材料研究機構 グループリーダー 工学博士 澤口孝宏

論 文 の 要 旨

審査対象論文は、ステント用材料の応用を視野に低サイクル疲労寿命に優れた合金開発を目指し、Co-Cr-Mo-Ni合金およびFe-Mn-Si合金の塑性変形挙動と低サイクル疲労特性について、FCC相・HCP相の相安定性ならびに変形組織の観点から検討を加えたものである。本論文で着目した合金系は室温でFCC相が主相であるが、FCC相とHCP相の自由エネルギー差が比較的小さく、変形によってHCP相が誘起され、それが引張り特性や疲労特性に大きな影響を与える。つまり、相変態と転位すべり、双晶変形などの様々な変形様式が混在する興味深い合金系である。

第1章ではステントに用いられる実用Co-Cr系合金について、長疲労寿命の必要性について述べるとともに、低積層欠陥エネルギー合金の変形機構と疲労特性に関して既存の知見を整理し、本研究の目的について説明している。

第2章は形状記憶合金や制震材料として実績のあるFe-Mn-Si系合金における耐疲労合金の設計指針について、相安定性と引張り変形後、疲労破断後の微細組織の観点から述べている。特に良好な引張り特性や低サイクル疲労特性が得られるのは積層欠陥エネルギー Γ が15~20 [mJ/m²]の範囲にある合金であり、交番応力下でのFCC相とHCP相間の可逆的な相変態が転位の蓄積を抑制し、疲労寿命の改善につながる事を示した。

第3章では低サイクル疲労寿命に優れたCo-Cr-Mo-Niの合金設計について検討するとともに、その引張り変形特性と微細組織について調べた結果について述べている。Calphad法による自由エネルギー計算と文献調査により、室温近傍が M_d 直下となる合金系として、実用合金であるCo-20wt%Cr-

10wt%Mo-35wt%Ni 合金をベースに Ni-Co 置換をした一連の Co-20wt%Cr-10wt%Mo-xwt%Ni(x=20~35)合金を提案した。高周波溶解と圧延により作製した 6 種類の合金試料について、引張り試験を X 線回折による相同定、電子チャネリングコントラスト(ECCI)法による格子欠陥観察や電子線後方散乱回折(EBSD)による結晶方位解析組織観察を行った。その結果、本合金系における加工硬化挙動は変形誘起 HCP 相や変形双晶の出現で説明できる事を明らかにした。また、 M_d 直下で FCC-HCP 変態と変形誘起双晶を示す組成は 26Ni 合金、29Ni 合金であることがわかり、良好な低サイクル疲労特性を示す可能性がある事を述べている。

第 4 章は Co-20wt%Cr-10wt%Mo-xwt%Ni(x=20~35)合金について、その室温における高サイクル疲労特性と破断後の微細組織を電子チャネリングコントラスト(ECCI)法による格子欠陥観察や電子線後方散乱回折(EBSD)による結晶方位解析で調べた結果について述べている。特に第 3 章で予想した様に 29Ni 合金が既存のステント材料である Co-20 wt%Cr-10 wt%Mo-35wt%Ni 合金の 2 倍の低サイクル疲労寿命を示す事を明らかにした。さらに疲労破断後の微細組織について Fe-Mn-Si 合金との比較を行い、両者の組織は類似しているが、Co 系合金では引張変形後、低サイクル疲労破断後共に薄い HCP 相の形態が認められ HCP 相の体積分率が低いことを示した。このことから Co 系合金における疲労寿命の改善は積層欠陥エネルギーが低下した事による交差すべり抑制の寄与が大きいと推測している。

第 5 章では Co-20 wt%Cr-10 wt%Mo-xwt%Ni(x=20~35)合金の応力-歪み曲線について、Bailey-Hirsh モデルや Kocks-Mecking の式との比較を行い、加工硬化率が変形誘起 HCP 相や変形双晶により増大することなど、加工硬化と変形により発達する微細組織の関係に着目し、その変形機構について考察を行った。

第 6 章では本論文全体を総括している。

審 査 の 要 旨

[批評]

本論文では、ステントなどの医療デバイス材料として用いられている Co-Cr 系合金について、FCC 相-HCP 相の相安定性と変形挙動、加工硬化挙動に着目して低サイクル疲労特性を向上させるための合金設計指針を得たものである。形状記憶合金、制震合金として実績のある Fe-Mn-Si 系合金について得られた知見をもとに、熱力学計算により Co-20wt%Cr-10wt%Mo-xwt%Ni(x=20~35)という合金組成を設計し、実際に作製した合金試料について、引張り試験後、疲労破断後の試料について詳細な観察を行い、その引張り応力下、引張り-圧縮応力下での変形機構を明らかにした。特に Co-20 wt%Cr-10 wt%Mo-29wt%Ni 合金が、現在ステント材料として用いられている Co-20 wt%Cr-10 wt%Mo-35 wt%Ni 合金を凌駕する、優れた低サイクル疲労特性を示したことは重要な成果である。

以上の様に本研究は Co-20 wt%Cr-10 wt%Mo-x wt%Ni(x=20~35)合金の変形機構と低サイクル疲労について FCC 相-HCP 相の相安定性と微細組織の観点から調べたものであり、学術的にも工学的にも極めて重要な知見が得られていると言える。

[最終試験結果]

平成 31 年 2 月 12 日、数理物質科学研究科学位論文審査委員会において審査委員の全員出席のも

と、著者に論文について説明を求め、関連事項につき質疑応答を行った。その結果、審査委員全員によって、合格と判定された。

〔結論〕

上記の論文審査ならびに最終試験の結果に基づき、著者は博士(工学)の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。