(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4797170号
(P4797170)
(45)発行日　平成23年10月19日(2011.10.19)　(24)登録日　平成23年8月12日(2011.8.12)

(51)Int.Cl.　F I
B21J 5/00 (2006.01)　B21J 5/00 B
B21J 5/00 K

請求項の数 3　(全 13 頁)

(21)出願番号　特願2006-118342(P2006-118342)
(22)出願日　平成18年4月21日(2006.4.21)
(65)公開番号　特開2007-253233(P2007-253233A)
(43)公開日　平成19年10月4日(2007.10.4)
審査請求日　平成21年3月26日(2009.3.26)
(31)優先権主張番号　特願2006-50742(P2006-50742)
(32)優先日　平成18年2月27日(2006.2.27)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　504133110
国立大学法人電気通信大学
東京都調布市調布ヶ丘一丁目５番地１
(74)代理人　100082740
弁理士　田辺　恵基
(72)発明者　三浦　博己
東京都調布市調布ヶ丘１丁目５番地１国立大学法人電気通信大学内

審査官　福島　和幸

(56)参考文献　特開２００４－１７６１３４（ＪＰ，Ａ）

最終頁に続く

(54)【発明の名称】金属材料製造方法及び装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

母相合金組織に直径１～３〔μｍ〕にして、かつ当該母相合金結晶組織より高硬度の第二相粒子を分散させてなる金属材料を、転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動が起りにくい温度で、多軸鍛造加工することにより、上記母相合金組織の結晶粒を微細化する

ことを特徴とする金属材料製造方法。

【請求項２】

母相合金結晶組織に直径１～３〔μｍ〕にして、かつ当該母相合金結晶組織より高硬度の第二相粒子を分散させてなる金属材料を、０．４Ｔｍないし０．７Ｔｍ（Ｔｍは上記母相合金結晶組織の絶対温度の融点）の圧縮加工温度で、多軸鍛造加工することにより、上記母相合金結晶組織の結晶粒を微細化する

ことを特徴とする金属材料製造方法。

【請求項３】

母相合金結晶組織に直径１～３〔μｍ〕にして、かつ当該母相合金結晶組織より高硬度の第二相粒子を分散させてなる金属材料を、０．４Ｔｍないし０．７Ｔｍ（Ｔｍは上記母相合金結晶組織の絶対温度の融点）の圧縮加工温度で、多軸鍛造加工することにより、上記母相合金結晶組織の結晶粒を微細化する多軸鍛造手段

を具えることを特徴とする金属材料製造装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】
【０００１】
本発明は金属材料製造方法及び装置に関し、特に多軸鍛造法により結晶粒が微細な金属材料を得ようとするものである。
【背景技術】
【０００２】
従来、機械材料として用いる金属材料の強度を向上させれば、信頼性だけではなく、素材とエネルギー削減に強い影響力をもつため、超強加工を行うことにより結晶粒を超微細化することによって金属材料を強化する種々の材料強化法が考えられてきた。
【０００３】
超強加工に基づく結晶粒微細化加工に用いられる一般的な方法としては、ＥＣＡＰ（Equal Channel Angular Press ）法や、ＡＲＢ（Accumulative Roll Bonding ）法があるが、ＥＣＡＰ法は比較的小さい試料にしか適用できず、またＡＲＢ法はプロセスが煩雑な問題がある。
【０００４】
このような問題がない方法として、多軸鍛造法（Multi-Directional Forging・ＭＤＦ）法が提案され（非特許文献１参照）、これにより種々の合金に対してこの加工法を適用することにより、均一なサブミクロン結晶粒系をもつ合金が得られるようになって来た。
【非特許文献１】A. Belyakov, K. Tsuzaki, H. Miura, T. Sasaki, : Acta Mater., Vol 51 (2003), 847-861.
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
ところで、多軸鍛造法によって結晶粒を微細化加工しようとする場合、被加工対象である金属素材に対して付与する圧縮加工回数（１回の圧縮加工を１パスと呼ぶ）を極力少なくすることが、強化された金属材料を量産する際の製造工程を簡略化できる点において、重要である。
【０００６】
因みに、従来の多軸鍛造法による場合、１０～１５パス程度（真ひずみ４～６相当）の圧縮鍛造が必要であった。
【０００７】
本発明は以上の点を考慮してなされたもので、加工素材に対する加工パス数を一段と低減できるようにした金属材料製造方法及び装置を提案しようとするものである。
【課題を解決するための手段】
【０００８】
かかる課題を解決するため本発明においては、母相合金結晶組織に直径１～３〔μｍ〕にして、かつ当該母相合金結晶組織より高硬度の第二相粒子を分散させてなる金属材料３Ａを、多軸鍛造手段２によって、転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動が起こりにくい温度又は０．４Ｔｍないし０．７Ｔｍ（Ｔｍは母相合金結晶組織の絶対温度の融点）の圧縮加工温度で、多軸鍛造加工することにより、母相合金結晶組織の結晶粒を微細化する。
【発明の効果】
【０００９】
本発明によれば、母相合金結晶組織に直径１～３〔μｍ〕にして、かつ当該母相合金結晶組織より高硬度の第二相粒子を分散させてなる金属材料を、転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動が起りにくい温度又は０．４Ｔｍないし０．７Ｔｍの加工温度で圧縮することにより、第二相粒子の周囲に微細な新粒が多数形成されるが、ひずみを蓄積させるとともに、微細粒領域が増加していく。この際、再結晶を抑えながら回復を起こすことにより、その微細粒のサイズが高ひずみ域まで維持され、その結果従来より一段と少ないパス数で均一性が良い微細結晶粒をもつ金属材料を製

造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１０】

以下図面について、本発明の一実施の形態を詳述する。

【００１１】

（１）全体の構成

図１において、１は全体として金属材料製造装置を示す。金属材料製造装置１は、多軸鍛造手段として圧縮加工装置２を備えており、圧縮加工装置２は、加工の対象となる金属材料である加工材料を内部に受け入れる加工材料受入部２Ａと、内部において加工された加工材料を取り出す加工材料取出部２Ｂとを有している。圧縮加工装置２の内部は圧縮加工室となっており、転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動がほとんど起らない温度下で、一方向から加工ひずみが０．４となる超強圧縮加工をするようになっている。この一方向から超強圧縮加工を行う工程を「１パス」という。この加工ひずみは任意に変えることが出来る。

【００１２】

本発明では、異なる方向からそれぞれ超強圧縮加工を施す多軸鍛造処理を行う。

【００１３】

圧縮加工装置２における多軸鍛造処理は図２に示す加工処理手順によって行われる。

【００１４】

圧縮加工装置２は、図２（Ａ）に示すように、加工前素材３Ａとして縦寸法、横寸法及び奥行き寸法の軸比（これをアスペクト比とも呼ぶ）が加工ひずみが0.4の場合は１．５：１．２２：１のものを加工材料受入部２Ａから受け入れて、矢印ａ１で示すように、当該加工前素材３Ａの縦軸方向に対して圧縮加工をすることにより、図２（Ｂ）に示すように、縦寸法、横寸法及び奥行き寸法の軸比が１：１．５：１．２２になるような第１の中間加工材料３Ｂ１を得る。

【００１５】

この実施の形態の場合の軸比は１回のパスで、真ひずみ０．４（すなわち約33％の公称ひずみ）を被加工材料に付与するように設定されている。

【００１６】

続いて圧縮加工装置２は、第１の中間加工材料３Ｂ１を再度中間加工材料３Ｂ（図１）として加工材料受入部２Ａから受け入れ、図２（Ｂ）において矢印ａ２で示すように、横軸方向に圧縮加工をすることにより、縦寸法、横寸法及び奥行き寸法の軸比が、図２（Ｃ）に示すように、１．２２：１：１．５となる第２の中間加工材料３Ｂ２を得、これを中間加工材料３Ｂ（図１）として外部に取り出させる。

【００１７】

実際上、この図２（Ｂ）における圧縮加工の際には、第１の中間加工試料３Ｂ１を圧縮加工装置２に受け入れる際に横軸方向を圧縮加工装置２の圧縮処理方向（すなわち縦方向）に合わせるように、手動あるいは自動で、第１の中間加工材料３Ｂ１の圧縮加工装置２に対する挿入方向をオペレータによって回転させる。

【００１８】

続いて、圧縮加工装置２は、当該第２の中間加工材料３Ｂ２を再度加工材料受入部２Ａから受け入れて、図２（Ｃ）において、矢印ａ３で示すように、奥行き方向について、縦寸法、横寸法及び奥行き寸法の軸比が、図２（Ｄ）に示すように、１．５：１．２２：１となる１サイクル加工後の加工材料３Ｂ３を得て、これを加工材料取出部２Ｂから外部に取り出させる。

【００１９】

かくして、加工前素材３Ａに対して縦軸、横軸及び奥行き軸の３軸についてそれぞれ１パス分の圧縮加工をすることにより、１サイクル加工後の加工材料３Ｂ３を得ることができる。

【００２０】

その後さらに図２（Ａ）ないし（Ｄ）について上述した加工処理を１サイクル分繰り返し、結局圧縮加工装置２は結晶粒をパス数分微細化加工することができる。

【００２１】

なお、圧縮加工装置２としては、例えば特許文献１に記載の加工装置を用いることができる。

【特許文献１】特願２００４－３０９８２２

【００２２】

（２）加工前素材の構成及び加工条件

この実施の形態の場合、加工前素材３Ａとして、酸素を注入した母合金Ｎｉ－２９ｍａｓｓ％Ｆｅ(微量添加元素: 0.04mass%Al) を用い、当該母相粒子の内部に、当該母相粒子と比較して粗大でかつ高硬度な、直径１～３〔μｍ〕の酸化鉄またはアルミナ粒子を第二相粒子として分散させた材料を用いる。

【００２３】

多軸鍛造加工処理の際の当該加工温度は、「転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動がほとんど起らない温度」に設定する。より具体的には、０．４Ｔｍ～０．７Ｔｍ（Ｔｍは母相合金の絶対温度の融点）に選定することが好ましい。

【００２４】

ここで、多軸鍛造加工温度を「転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動がほとんど起らない温度」に設定したのは、加工温度が低く転位の移動が遅いと、回復が遅れることにより均一組織の発達が遅れ、加工温度が高く粒界移動が起きると、結晶粒が粗大化してしまうためである。

【００２５】

さらに、多軸鍛造加工温度を０．４Ｔｍ～０．７Ｔｍに選定したのは、一般に、第二相粒子を分散させない母相粒子のみの鍛造材料は、０．５Ｔｍにおいて再結晶が起こると考えられるのに対して、第二相粒子を分散させたため０．５Ｔｍの温度では再結晶が起こり難くなるから、多軸鍛造加工温度を０．５Ｔｍ～０．７Ｔｍにまで拡張しても、微細化された結晶粒を安定化できるためである。

【００２６】

また、微細化加工された結晶粒は、多軸鍛造加工温度が０．５Ｔｍ～０．４Ｔｍの範囲であれば、再結晶を起こすことなく回復できる。

【００２７】

かくして多軸鍛造加工温度を０．４Ｔｍ～０．７Ｔｍに選定することが好ましく、これにより、転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動がほとんど起らない温度で多軸鍛造加工を行うことができる。

【００２８】

このように、母相合金であるＮｉ－Ｆｅに、その粒子より粗大でかつ高硬度の二酸化鉄またはアルミナ粒子を第二相粒子として分散させたため、圧縮加工の際に、少ないひずみでも第二相粒子付近にひずみが蓄積された状態となる。このときの加工温度は０．４Ｔｍ～０．７Ｔｍであるため、第二相粒子付近にひずみが蓄積されることにより生じた転位が再配列する。そして、このひずみの蓄積と転位の再配列を多軸鍛造加工により繰り返すことによって、粒界が現れ微細粒が生成される。この際、加工温度が０．４Ｔｍ～０．７Ｔｍであることから、微細化された結晶粒の再結晶発現による粗大化が生じることはない。

【００２９】

以上より、少ないパス数及びひずみ量で、実用上１〔μｍ〕程度の結晶粒サイズをもつバルク材を加工製品として実現できる。

【００３０】

図３のバルク材は、加工温度８７３〔Ｋ〕（０．５Ｔｍに相当する）で、圧縮加工回数が６パスで、ひずみ２．４まで多軸鍛造加工した結果得られたもので、図３はその組織を結晶方位分散分析装置（Orientation Imaging Microscopy・ＯＩＭ）で分析した結晶粒分

布図である（光学顕微鏡で観察するには結晶粒が細かすぎるため）。

【００３１】

図３の結晶粒分布図によれば、平均結晶粒サイズが約１〔μｍ〕であり、これにより、極めて微細な結晶粒が従来のパス数（１０～１５パス）及びひずみ量（真ひずみ４～６相当）の約半分で得られたことが分かる。

【００３２】

図４は、図３の場合より多軸鍛造加工温度が１００〔Ｃ°〕低い７７３〔Ｋ〕（＝０．４４Ｔｍ相当）の温度域でひずみ２．４まで多軸鍛造加工を行ったときに得られた組織の結晶粒分布図で、加工温度８７３〔Ｋ〕（０．５Ｔｍに相当する）の場合より結晶粒が不均一ではあるが、実用上十分に微細化が進んだバルク材が得られていることが分かる。

【００３３】

因に、多軸鍛造加工温度は、材料中に含まれる第二相粒子の体積率、密度、母相の再結晶温度等に著しく影響を受けるが、粒子体積率が大きく、また粒子径が小さい程、結晶粒が微細化し難くかつ再結晶が起こり難いことが知られており、その場合最適温度は０．７Ｔｍに近づく。

【００３４】

微細組織が発達するためには、回復時間を要するため、加工速度が速い場合（ひずみ速度が10^{-2}～10^{0}〔s^{-1}〕）は組織回復時間を必要とするが、それ以下の加工速度の場合には加工中に回復が十分可能であり、加工中に微細な均一組織となる（図３）。

【００３５】

（３）単相材との比較結果

粗大第二相粒子を含む上述の実施の形態について、当該粗大第二相粒子を含むことによって、母相粒子内での微細組織の発達が極めて顕著であることを確認した。

【００３６】

図５は、粗大第二相粒子を含む材料に対して、多軸鍛造加工を、加工温度８７３〔Ｋ〕（＝０．５Ｔｍ）、真ひずみ速度1×10^{-3}〔s^{-1}〕で行った結果の組織写真を示すもので、多軸鍛造加工前の結晶粒組織（図５（Ａ））と比較して、多軸鍛造加工後の結晶粒組織（図５（Ｂ））は、発達した結晶粒組織が細かくかつ均一であることが分かる。

【００３７】

これに対して、粗大第二相粒子を含まない単相材の場合、図６に示すように、多軸鍛造加工前の結晶粒組織（図６（Ａ））に対して、多軸鍛造加工後の結晶粒組織（図６（Ｂ））は微細粒組織の発達が図５（Ｂ）の場合ほど顕著ではないことが分かる。

【００３８】

かくして、粗大第二相粒子を分散させた金属材料を、転位の上昇運動と消滅さらには再配列を促し、転位密度を減少させるが、粒界移動がほとんど起らない温度で、多軸鍛造加工することによって、微細粒組織の発達が極めて顕著で、しかも細かく均一な金属材料を少ないひずみ量及びパス数で実現できることが分かる。

【００３９】

（４）強度及び熱的安定性の確認

上述の実施の形態の多軸鍛造加工により得られた第二相粒子を含む材料は、図７に示すように、単相材を多軸鍛造加工した場合と比較して、どのひずみ位置でも常に高硬度を示しており、これにより硬度が向上していることが分かる。

【００４０】

また、第二相粒子を含まない材料について、加工温度８７３〔Ｋ〕（＝０．５Ｔｍ）でひずみ２．４まで多軸鍛造加工を行った材料の結晶粒組織には、図８に示すように、微細化が遅れているだけではなく、温間域の再結晶発現による結晶粒の粗大化が部分的に起こっていることが分かる。

【００４１】

従って、第二相粒子を含まない材料について多軸鍛造加工をした場合と比較して、第二相粒子を含む上述の実施の形態の場合は、温間域の加工温度に対して再結晶発現による結

晶粒の粗大化が生じない点について、熱的安定性が一段と改善されていることが分かる。

【００４２】

（５）ＤＺ加工の例との比較

粗大粒子を分散した金属材料を加工することにより粗大粒子の周囲に形成される方位差が大きい組織からなるDeformation Zone （ＤＺ）を利用して結晶粒を微細化するＤＺ加工を開示した従来の例として、非特許文献２がある。

【非特許文献２】J.R. Porter and F.J. Humphreys, Metal Sci., February (1979), 83-88.

【００４３】

上記非特許文献２には、粗大粒子を含む材料に対して、冷間（室温）で圧延強加工を行った結果得られた材料の結晶組織の写真（図９（Ａ））が示されており、これについて粗大粒子周囲に発達した Deformation Zone （ＤＺ）についての模式図（図９（Ｂ））が示されている。

【００４４】

この場合には、ＤＺ内部で分断された組織は、比較的大きな方位差をもつため、これがその後焼鈍することで、再結晶による結晶粒の微細化に寄与するとの説明がなされている。

【００４５】

これに対して上述の実施の形態による多軸鍛造加工により得た材料は、適切な加工温度を温間域で設定したことにより、多軸鍛造加工の際に、第二相粒子によって微細粒組織の発達が促進される。

【００４６】

また、上記非特許文献２に記載のＤＺ加工においては、分散される粗大粒子のサイズが３〔μｍ〕以上でなければ、結晶粒の微細化効果が得られないとされている。これは、分散される粗大粒子が小さい場合には、圧延強加工をしても粗大粒子の周囲に蓄積されるひずみ量が少なく、ＤＺが形成されず、その後焼鈍しても再結晶が起こらないためと考えられる。しかしながら、分散された粗大粒子は、加工後の金属材料にそのまま含まれることになるため、金属材料の強度向上のためには、小さいほうがよい。

【００４７】

本実施形態によれば、分散した第二相粒子は、１～３〔μｍ〕のものであり、１パスで加えられるひずみ量は上記非特許文献２に記載のＤＺ加工におけるものより低いにもかかわらず、３〔μｍ〕未満の第二相粒子の周辺でも微細な結晶粒が得られており、全体として均一に微細化されていることから、３〔μｍ〕未満の第二相粒子も微細化に貢献している。これは、３〔μｍ〕未満の第二相粒子の周辺においても１パスごとに少量でもひずみが蓄積されるとともに、回復がおこるというサイクルを繰り返すことで、微細粒組織の発達が促進されるためである。このように、本実施形態によれば、当該従来の冷間加工で得られるＤＺ形成による結晶粒微細化の例では得られない効果を実現している。

【００４８】

（６）他の実施の形態

上述の実施の形態においては、１回のパス当たり加工ひずみ０．４で多軸鍛造した場合について述べたが、１回のパスひずみを大きくすれば、加工パス数をさらに少なくできる。例えば１回のパスひずみが０．８であれば（この場合、縦寸法、横寸法及び奥行き寸法のアスペクト比を０．１：１．４９：２．２２とする）、理論的には総ひずみ２．４までの多軸鍛造加工を３パスで行うことができ、上述の実施の形態の場合と比較してパス数を半減させることができる。

【産業上の利用可能性】

【００４９】

本発明は超微細な金属材料の製造に利用できる。

【図面の簡単な説明】

【００５０】

【図１】本発明の一実施の形態による金属材料製造装置を示す略線図である。
【図２】多軸鍛造法の微細化加工サイクルの説明に供する略線図である。
【図３】温度８７３〔Ｋ〕でひずみ２．４まで多軸鍛造加工を行ったときに得られた組織を示す結晶粒分布図である。
【図４】温度７７３〔Ｋ〕でひずみ２．４まで多軸鍛造加工を行ったときに得られた組織を示す結晶粒分布図である。
【図５】温度８７３〔Ｋ〕（＝０．５Ｔｍ）における加工結果を示す顕微鏡写真図である。
【図６】単相材の８７３〔Ｋ〕（＝０．５Ｔｍ）における加工結果を示す顕微鏡写真図である。
【図７】第二相粒子を含む多軸鍛造加工後の硬さ特性を示す特性曲線図である。
【図８】第二相粒子を含まない材料の結晶粒組織の説明に供する結晶粒分布図である。
【図９】ＤＺ加工の例を示す顕微鏡写真図及び略線図である。
【符号の説明】
【００５１】
２……圧縮加工装置、２Ａ……加工材料受入部、２Ｂ……加工材料取出部、３Ａ……加工前試料、３Ｂ……中間加工試料、３Ｃ……加工後試料。

【図１】

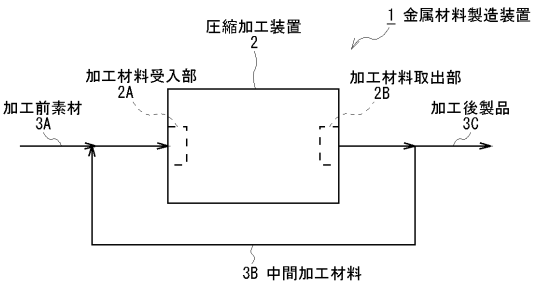


図１　金属材料製造装置

【図２】

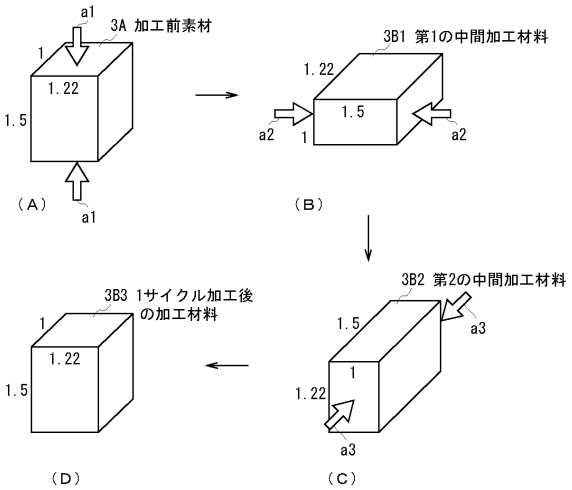


図２　多軸鍛造法の微細化加工サイクル

【図３】

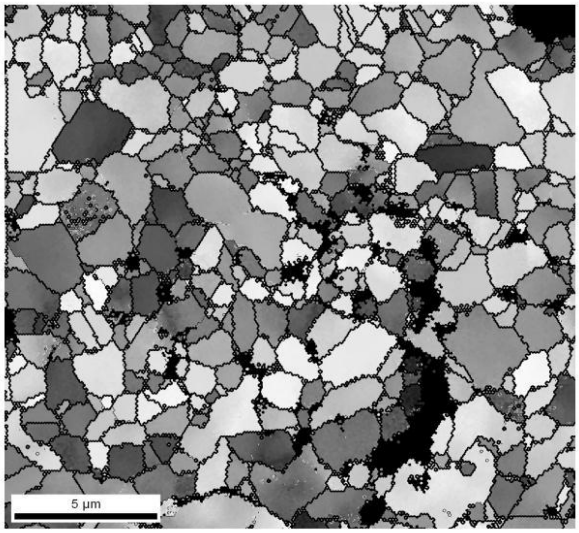


図３　８７３Ｋ（＝０．５Ｔｍ）・ひずみ２．４

【図４】

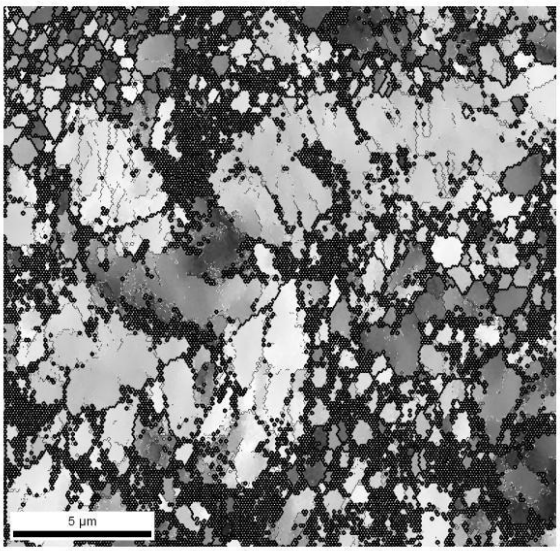
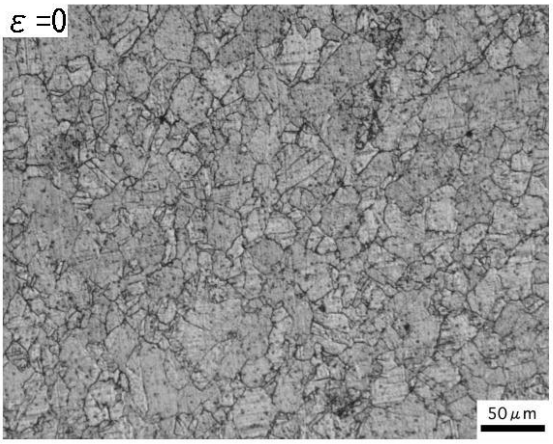
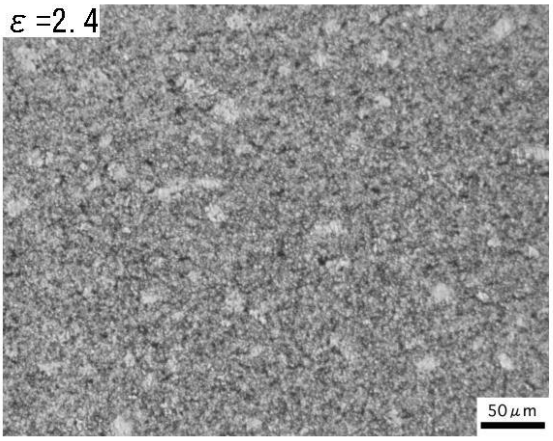


図４　７７３Ｋ（＝０．４４Ｔｍ）・ひずみ２．４

【図５】



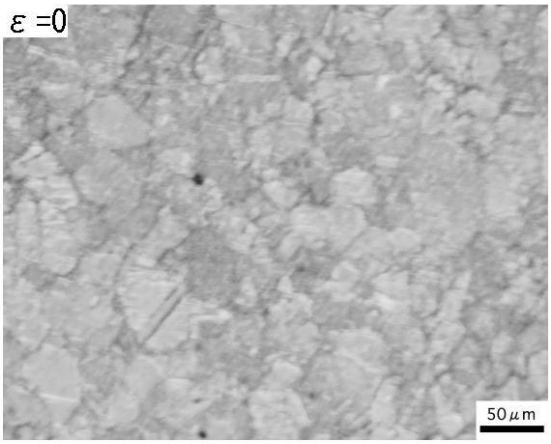
（Ａ）　多軸鍛造加工前



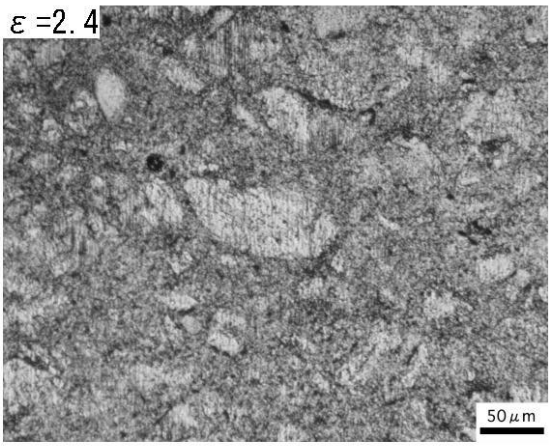
（Ｂ）　多軸鍛造加工後

図５　８７３Ｋ（＝０．５Ｔｍ）における加工結果

【図６】



（Ａ） 単相材の多軸鍛造加工前



（Ｂ） 単相材の多軸鍛造加工後

図６　単相材の８７３Ｋ（＝０．５Ｔｍ）における加工結果

【図７】

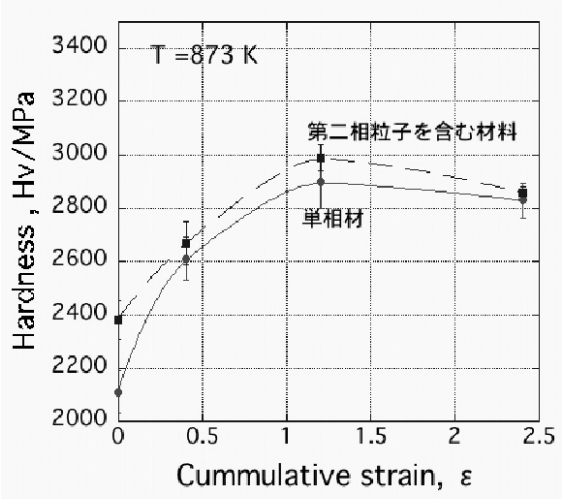


図７　硬度特性

【図８】

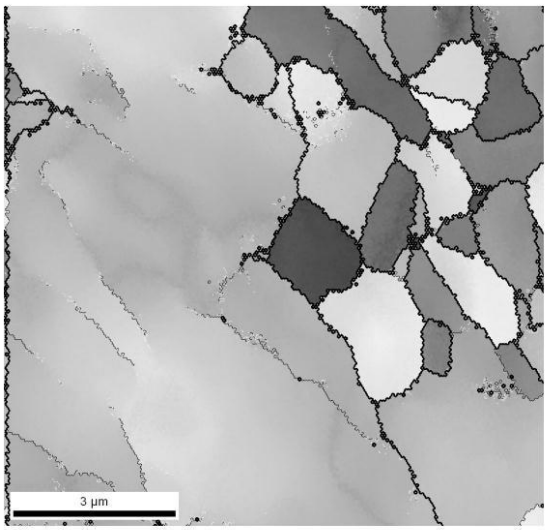
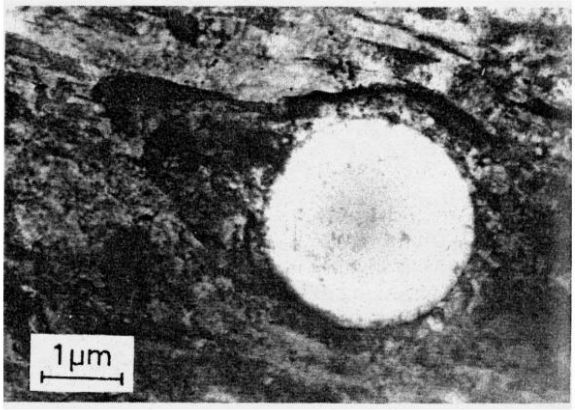
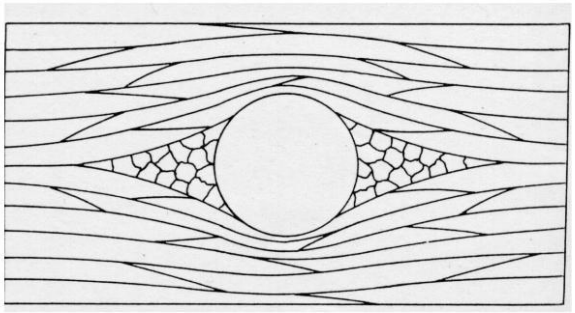


図８　第二相粒子を含まない材料の結晶粒組織の乱れ

【図９】



（Ａ）粗大粒子を含む結晶粒組織



（Ｂ）結晶粒組織の模式図

図９　ＤＺ加工の例

フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl., ＤＢ名)

Ｂ２１Ｊ　　５／００

Ｂ２１Ｊ　　１／００