

令和 5 年 6 月 22 日現在

機関番号：11201

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20K05175

研究課題名(和文) 結晶方位制御による高性能単結晶形状記憶合金板材の創成

研究課題名(英文) Development of high-performance single crystal shape memory alloy sheet by controlling crystallographic orientation

研究代表者

戸部 裕史 (Tobe, Hirobumi)

岩手大学・理工学部・准教授

研究者番号：40743886

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、Cu-Al-Mn形状記憶合金の板材に対して、形状記憶特性を示す相(bcc構造)の結晶方位制御手法を確立し、優れた特性を有する板材を安定して供給可能にすることを目的とした。ランダムな結晶方位をもつ相からなる板材に対し、特定の熱処理条件で微細相(fcc構造)を形成させた後に圧延加工を施すプロセスを繰り返すことで、最大回復ひずみの得られる<510>近傍の結晶方位に配向度の高い板材を開発した。本プロセスの後に、単相化熱処理や単結晶化熱処理を実施した場合も、この優先方位への配向度を引き継ぐため、大きな回復ひずみを伴う優れた形状記憶特性を有する板材を高頻度で得ることが可能となった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

熱処理による単結晶化手法は、Cu-Al-Mn形状記憶合金に優れた形状記憶特性をもたらすが、これまでの手法では結晶方位にばらつきがあり、製造した単結晶板材の特性にばらつきが生じるという課題があった。本研究で開発した結晶方位制御手法は、既存の単結晶化手法と組み合わせることでこのばらつきを低減でき、安定した特性を有する板材を供給可能とする。このような形状記憶合金板材は、温度変化で変位や力の発生をもたらす熱的駆動アクチュエータとして利用でき、例えば宇宙機温度制御用ヒートスイッチ等の性能向上・品質改善に貢献できる。

研究成果の概要(英文)：The objective of this study is to establish a method to control the crystallographic orientation of  $\alpha$  phase (bcc structure), which exhibits shape memory properties in Cu-Al-Mn shape memory alloys, and to enable a stable supply of alloy sheets with excellent properties. By repeating a combined process of forming fine  $\beta$  phase (fcc structure) by specific heat treatment and cold rolling, we have developed a sheet material whose crystal orientation is aligned around <510>, where the recovery strain is maximum. Even if polycrystalline or single crystalline  $\alpha$ -phase is obtained by subsequent heat treatment, the favorable orientation is inherited, and thus sheets with excellent shape memory properties exhibiting large recovery strain can be obtained with high frequency.

研究分野：材料加工・組織制御

キーワード：Cu-Al-Mn合金 形状記憶合金 集合組織 マルテンサイト変態 再結晶

### 1. 研究開始当初の背景

銅-アルミニウム-マンガン (Cu-Al-Mn) 形状記憶合金は、熱処理のみで多結晶からの異常粒成長により単結晶を製造することができる。この画期的な製造法は、従来のチタン-ニッケル (Ti-Ni) 系形状記憶合金にはみられない現象を活用したものである。15 mm x 長さ 700 mm もの大きな単結晶が安価に作れ、大変形を加えても力を除けば形状が元に戻る「超弾性特性」を有し、建築物の耐震性向上部材として実用化されている。

このような特性は応力で誘起する相変態を利用しているが、応力ではなく温度でも相変態は生じ、ある温度(逆変態温度)以上に加熱することで変形させた形状が元に戻る「形状記憶効果」も発現する。主にワイヤやばね形状の Ti-Ni 系形状記憶合金では、環境温度変化や通電加熱などで動作させるアクチュエータとして、温水混合栓の温調、スマートフォンカメラの手ぶれ補正、新幹線の油量調整、可変式の航空機エンジン排気ノズルなど多岐に利用されてきた。Cu-Al-Mn 合金は、Ti-Ni 系合金を凌駕する以下のような特性を有し、熱的駆動アクチュエータの飛躍的性能向上と用途拡大のポテンシャルをもつ。

(1) 150 K 以下の極低温でも動作が可能である。適用温度範囲が広がる

(2) 単結晶のためより大きな回復ひずみ量(最大 10%程度)を示すにもかかわらず、動作時(冷却と加熱)の温度ヒステリシスが小さい。設計したピンポイント温度で大変形が可能

(3) 加工性が良くアクチュエータ用途に適した板形状に成形できる。多結晶板材の単結晶化が可能のため短冊形の引張や曲げ変形でも使用でき、変位と力の設計自由度が広がる

これらの特性に着目し、JAXA 宇宙科学研究所では、地球周回衛星の機器温度制御機構(室温程度の駆動)や冷凍機の ON/OFF を切替えるヒートスイッチ(50~100 K 程度駆動)等の開発を進めている。一方で課題としては、アクチュエータに適する短冊形状での単結晶の結晶方位にばらつきがあり、形状記憶特性の品質が安定しないという点が挙げられた。例えば、結晶方位によっては回復ひずみ量が不足し、温度ヒステリシスが大きく駆動温度の制御が困難となる。

Cu 系形状記憶合金において最も重要なのは単結晶化である。本合金がこれまでに実用化されなかったのは、Ti-Ni 合金と異なり粒界で割れやすく繰り返しの使用ができなかったことにある。一方で、熱処理による異常粒成長を利用した単結晶化は画期的な技術であるが、その原理には未だ不明な点が多い。図 1 に単結晶化後の方位を示したが、ばらつきがあり、また 10%以上の回復ひずみ量が得られる<100>近傍方位と一致しない。<100>近傍方位は温度ヒステリシスも他の方位に比べて小さく、熱的駆動アクチュエータとして最も優れた方位である。すなわち、形状記憶合金アクチュエータの飛躍的性能向上と応用範囲拡大を実現可能とするには、結晶方位の制御手法を確立し、方位のばらつきを抑え、<100>近傍に配向させることが必須であった。

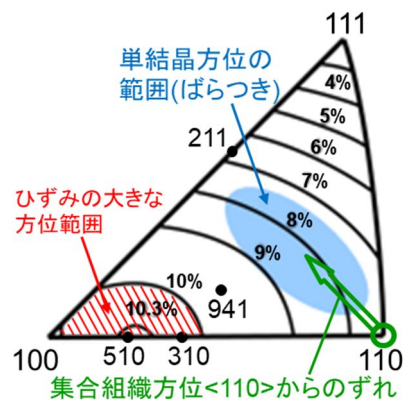


図1 引張ひずみの方位依存性と単結晶方位。(参考: R. Kainuma *et al.*, *Shap. Mem. Superelasticity*, (2018))

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、単結晶方位の成り立ちを理解し、板材においてその方位を制御することで、アクチュエータ用途に優れた<100>近傍方位をもつ単結晶板材を創成することである。単結晶方位が図 1 に示した方位範囲に限定されているという事実から、単結晶化熱処理前の集合組織(どの結晶方位がどれだけ配向しているか)が何らかの形で単結晶方位を決定しているのは明白である。方位のばらつきは集合組織の強度と関連していると考えられるが、集合組織と単結晶方位との対応については詳細な調査や報告がなされていない。本研究では、強い集合組織の板材を作製し、単結晶化熱処理後の方位のばらつき減少を狙う。さらに、集合組織方位の制御を検討し、優れた単結晶方位を板材の面内(狙いとして圧延方向(RD)から±45度程度の範囲内)に得ることを狙う。板材をターゲットとすることにより、アクチュエータとして使用する短冊形状が得やすい。

### 3. 研究の方法

本研究は、下記のステップ1とステップ2により行った。

(1) ステップ1(1年目~2年目): 集合組織強化および単結晶方位との関係性解明

圧延加工前には Cu-Al-Mn 合金の相(bcc)と相(fcc)の相率や析出形態を変えられる自由度がある。形状記憶効果や超弾性を得るには、最終的に単相組織となる高温熱処理を施す必要が

あり、相の結晶方位を制御する必要がある。相率については、過去の報告により相が多いと相の再結晶集合組織が強くなると示唆されているが、理由は明らかでない。そこで、相率に加え析出形態も含め、圧延時の相の変形度合いに及ぼす影響をX線回折測定により調べ、また、相加工集合組織が再結晶または回復熱処理時に相へ変態後どのような方位となるかを走査型電子顕微鏡（SEM）による組織観察と電子線後方散乱回折（EBSD）による方位解析により明らかにすることで、相集合組織を強く形成する加工熱処理条件を検討した。また、集合組織と単結晶化後の方位の関連性も調査した。

（2）ステップ2（3年目）：単結晶方位の制御

実用上有益なRDに対し、回復歪みの大きな<100>近傍方位を配向させることを目指し、集合組織方位を制御するための加工熱処理条件を検討した。上記のステップ1で得られた加工熱処理条件と集合組織との関連性の知見を基に、熱処理と圧延のプロセスを複数回繰り返し、相の集合組織方位の変化を調査した。

#### 4．研究成果

まずはステップ1として、ランダムな結晶方位をもつ相からなる板材に対し、加工熱処理条件が集合組織に及ぼす影響を調査し、集合組織を強化させることを検討した。その結果、微細相のピン止めを利用することにより、相の集合組織を強めることができたことがわかった。一方で、一度の圧延加工と一度の熱処理との組み合わせでは、単結晶化熱処理に必要な900（単相温度でピン止めが存在しない状態）で特定方位のみを強めることができないことが明らかとなった。

そこでステップ2として、微細相形成後に圧延加工を施すプロセスを繰り返すことで、特定の集合組織方位を強めることを検討した。その結果、特定の熱処理条件により非常に微細な相を形成させること、本熱処理と圧延加工を複数回繰り返すことにより、最大回復ひずみの得られる<510>近傍の結晶方位に配向度の高い板材を開発した。本プロセスの後に、単相化熱処理や単結晶化熱処理を実施した場合も、この優先方位への配向度を引き継ぐため、大きな回復ひずみを伴う優れた形状記憶特性を有する板材を高頻度に得ることが可能となった。

本研究で開発した結晶方位制御手法は、既存の単結晶化手法と組み合わせることで単結晶方位のばらつきを低減でき、安定した特性を有する板材を供給可能とする。このような形状記憶合金板材は、温度変化で変位や力の発生をもたらす熱的駆動アクチュエータとして利用でき、例えばヒートスイッチ等の性能向上・品質改善に大きく貢献できる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 戸部 裕史、石川 和毅、澤田 健一郎、東谷 千比呂、中川 貴雄、佐藤 英一	4. 巻 61
2. 論文標題 Cu-Al-Mn形状記憶合金を用いた機械式ヒートスイッチの開発	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 銅と銅合金	6. 最初と最後の頁 334 ~ 338
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.34562/jic.61.1_334	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 戸部裕史、石川和毅、澤田健一郎、東谷千比呂、中川貴雄、佐藤英一
2. 発表標題 Cu-Al-Mn形状記憶合金を用いた機械式ヒートスイッチの開発
3. 学会等名 日本銅学会第61回講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 刈部健太郎、戸部裕史、佐藤英一
2. 発表標題 ヒートスイッチ用Cu-Al-Mn形状記憶合金板材の開発
3. 学会等名 第36回宇宙構造・材料シンポジウム
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 刈部健太郎、佐藤英一、戸部裕史、笈幸次
2. 発表標題 集合組織によるCu-Al-Mn形状記憶合金板材の結晶方位制御
3. 学会等名 第169回超塑性研究会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 刈部健太郎, 戸部裕史, 佐藤英一, 笈幸次
2. 発表標題 Cu-Al-Mn形状記憶合金板材における集合組織が単結晶方位へ及ぼす影響
3. 学会等名 日本金属学会2023年春季(第172回)講演大会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計1件

産業財産権の名称 Cu - Al - Mn系合金材及びその製造方法	発明者 佐藤英一, 戸部裕史	権利者 同左
産業財産権の種類、番号 特許、特願2023-032814	出願年 2023年	国内・外国の別 国内

〔取得〕 計0件

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	澤田 健一郎 (Sawada Kenichiro)	国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・研究開発部門・主任研究開発員  (82645)	
研究協力者	東谷 千比呂 (Tokoku Chihiro)	国立天文台・先端技術センター・特任助教  (20450190) (62616)	
研究協力者	中川 貴雄 (Nakagawa Takao)	国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所・教授  (20202210) (82645)	
研究協力者	笈 幸次 (Kakehi Koji)	東京都立大学・機械システム工学科・教授  (70185726) (22604)	

6. 研究組織（つづき）

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	刈部 健太郎  (Karibe Kentaro)	東京大学・大学院生	
研究協力者	石川 和毅  (Ishikawa Kazuki)	東京大学・大学院生	
連携研究者	佐藤 英一  (Sato Eiichi)  (40178710)	国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所・教授   (82645)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関