

令和 2 年 6 月 4 日現在

機関番号：13901

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K18825

研究課題名(和文)単結晶形状記憶合金大型部材の力学

研究課題名(英文)Mechanics of single crystal shape memory alloy structural elements

研究代表者

荒木 慶一(Araki, Yoshikazu)

名古屋大学・環境学研究科・教授

研究者番号：50324653

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 5,000,000円

研究成果の概要(和文)：単結晶Cu-Al-Mn形状記憶合金棒材の力学特性(疲労特性と結晶方位依存性)を調査し、以下の事項を明らかにした。(1)疲労特性は結晶粒界間の拘束力により生じる転位が影響するため、小さい結晶粒界が集まっている多結晶は疲労特性が最も悪い。結晶粒が棒径より大きいバンブー結晶では初期特性は良好であるが、繰返し変形により超弾性特性の劣化が促進された。一方、単結晶は最も疲労特性が良好で、100サイクル程度まで残留ひずみや変態応力の劣化が見られなかった。(2)塑性変形性能と破壊特性には強い結晶方位依存性が見られた。特に $\langle 112 \rangle$ 、 $\langle 113 \rangle$ 、 $\langle 001 \rangle$ の方位では100%に近い伸びが観察された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

(1)これまで、単結晶大型部材の超弾性や塑性・破壊などの力学特性を調査した研究報告は見当たらない。そのため、結晶粒径と疲労特性の関係や、結晶方位と力学特性の異方性の関係を整理できれば、その新規性や学術的価値は高い。(2)単結晶Cu-Al-Mn形状記憶合金大型部材は、機械、航空、土木、建築など多くの分野で類例のない構造・機能部材として利用できる。そのため、部材の力学モデル構築に必要な力学特性を調査した本研究の結果は幅広い分野で利用でき、その波及効果は大きい。

研究成果の概要(英文)：We examined the fatigue and orientation dependence of mechanical properties in single crystal Cu-Al-Mn shape memory alloy bars. The conclusions can be summarized as follows. (1) The fatigue properties improved as the size of grain becomes larger. The single crystal bars had much superior fatigue to multiple (bamboo) crystal and poly crystal bars. (2) Strong orientation dependence was observed in plasticity and fracture properties in single crystal bars. Highly ductile response was observed when the orientation was close to $\langle 112 \rangle$, $\langle 113 \rangle$, or $\langle 001 \rangle$ direction. In these bars, the fracture strain was close to 100 %.

研究分野：材料力学

キーワード：形状記憶合金 単結晶 超弾性 疲労 結晶方位 銅系合金

様式 C - 19, F - 19 - 1, Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

単結晶の大型部材を製造するには多大な時間とプロセスを要するため製造コストが極めて高く、量産は事実上不可能と考えられていた。このような状況で著者らは、バンブー状に配置された数個の粗大結晶からなる Cu-Al-Mn 形状記憶合金の大型部材を低コストで製造できる技術を開発し、径 30mm の大型部材で良好な変形回復性能を実現できることを実証した。さらに、最近、大型部材を低コストで単結晶化する技術を新たに開発し、この手法を適用することで長さ 600mm、径 16mm の棒材で単結晶化が実現できることを確認している。しかし、単結晶 Cu-Al-Mn 形状記憶合金大型部材の力学特性には未解明な点が多く残されている。

2. 研究の目的

本研究では、超弾性特性を持つ単結晶 Cu-Al-Mn 形状記憶合金大型部材を対象に、以下の二点を目的として研究を行う。

1. 単結晶、比粒径 2 程度の非単結晶(以下バンブー結晶と記す)、比粒径 0.2 以下の多結晶の 3 種類の結晶粒径別の棒材の繰返し引張サイクル疲労特性について調査する。
2. 単結晶部材の力学特性は結晶方位に大きく依存する。そこで、弾性剛性や変形回復性能に加えて、塑性変形能力と破壊モードに関して、その結晶方位依存性を調査する。

3. 研究の方法

3.1 繰返し疲労特性

供試材は 17 at.%Al, 11.4 at.%Mn, 残 Cu の組成を無酸素銅, 99.99 %Al, 99 %Mn の原料で配合し、高周波溶解炉にて直径 110 mm の丸棒インゴットを作製した。インゴットを 1073K の熱間鍛造で直径 40 mm にしたのち、冷間ダイス引抜き伸線と焼鈍温度 793 K で 1 h の焼鈍を繰返し、直径 16 mm の棒材に加工した。各結晶粒径にする熱処理は、伸線後の長尺棒材から 200 mm に切断し、大気雰囲気熱処理炉で行った。疲労試験に用いる試験片は、機械加工により直径 8 mm、平行部長さ 56 mm、肩部の半径 20 R、掴み部直径 12 mm の JIS14 号 A 試験片に加工した。

室温にて、ひずみ速度 $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、伸びひずみ 4 % の負荷・除荷するサイクルを 1 サイクルとし、300 サイクルまで行い、各サイクルの応力 - ひずみ特性から変態臨界応力の低下と残留ひずみの変化から超弾性特性の劣化挙動を比較した。また疲労試験後の単結晶、バンブー結晶、多結晶の結晶粒界の状態の確認を目視観察し、その後試験片の結晶粒界近傍を切除し、導電性樹脂で埋め込みバフ研磨し SEM で組織観察を行い、組織観察により特性劣化の原因を考察した。

3.2 結晶方位依存性

組成 Cu-17 at. %Al-11.4 at. %Mn、直径 110 mm、長さ 700 mm のインゴットを 800°C で直径 40 mm まで熱間圧延した。520°C で 60 分の中間焼鈍を行い、冷間圧延と 30% の冷間加工率での圧延を繰り返すことにより、直径 15 mm の長尺棒材を作成した。長尺棒材を 300mm の長さに切断し、大気中で熱処理して単結晶棒 14 本を製造した。各棒を切断し、10mm の長さの棒を 3 本、140mm の長さの棒 1 本を得た。長さ 10 mm の 3 本の棒を使用して、粒子の配向、硬度、および変態温度を測定した。140 mm の棒は、引張試験で使用するために図 1 に示す形状に機械加工した。中央部と端部の直径はそれぞれ 8mm と 12mm、中央部と端部の長さは 56mm と 30mm である。機械加工後、超弾性特性を安定させるために、130°C で 30 分間の時効処理を行った。

10 mm に切断した試料の結晶方位は EBSD で測定した。室温 (20°C) でビッカース硬さを測定した。荷重は 1.96 N、負荷時間は 15 秒とした。変態温度は DSC を使用して測定した。試料の質量は 20~50 mg で、加熱および冷却速度は $0.17^\circ\text{C s}^{-1}$ とした。精密引張試験機と非接触デジタルビデオ伸び計を使用し、室温で引張試験を行った。ひずみ測定ではゲージ長は 40mm とした。

引張試験では、最初に 10% ひずみまでの繰返し引張試験を行い、その後、破断までの単調引張試験を行った。引張試験では、全プロセスでひずみ速度を $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ とした。最初の繰返し引張試験では、目標ひずみ振幅は 1% から 10% まで 1% の増分で増加させた。各ターゲットひずみ振幅に対して 1 回の引張サイクルを与えた。各サイクルの載荷では、目標ひずみに達するまで負荷方向に強制変位を与え、目標ひずみ到達後は応力が 0 になるまで除荷方向に強制変位を与えた。このようにして、繰返し荷重のプロセス全体で引張荷重のみを与えるように強制変位を制御した。目標ひずみ振幅 10% 到達後は、破断するまで単調強制変位を与えた。

4. 研究成果

4.1 繰り返し疲労特性

1. 比粒径 0.2 以下の多結晶棒材では超弾性（変形回復性能）の初期特性が良好ではなかった。一方、比粒径が 2 のバンブー結晶と単結晶では、良好な超弾性特性が得られた（**図 1 (a)**）。
2. 繰り返し引張サイクル疲労特性は結晶粒界間の拘束力により生じる転位が影響するため、小さい結晶粒界が集まっている多結晶は疲労特性が最も悪い。結晶粒界の大きいバンブー結晶も初期特性は良好でありながら、繰り返し変形による超弾性特性の劣化が促進された。一方、単結晶の劣化因子はほぼ残留マルテンサイト相のみのため、最も疲労特性が良好であり、100 サイクル程度まで残留ひずみや変態応力の劣化が見られないという結果が得られた（**図 1**）。

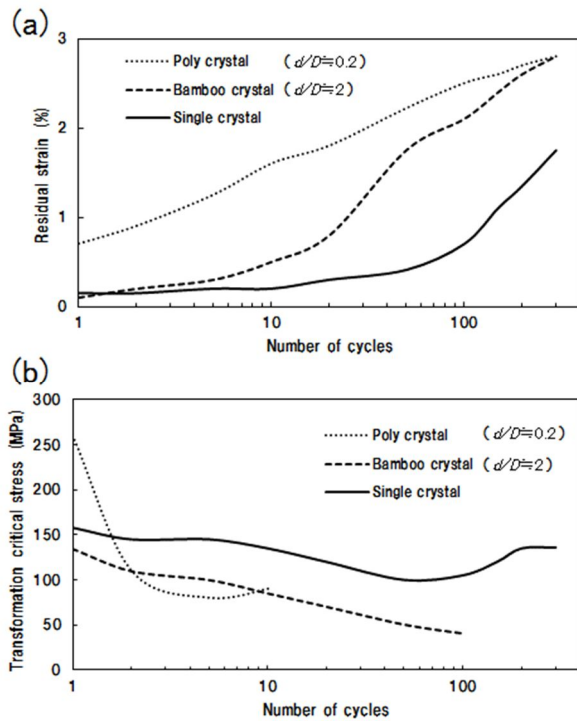


図 1 疲労特性の比較

4.2 結晶方位依存性

1. 14 本の単結晶棒材の方位は $\langle 101 \rangle$, $\langle 112 \rangle$, $\langle 113 \rangle$, および $\langle 001 \rangle$ の周りに分布した。
2. 結晶方位依存性は、弾性特性と超弾性特性で明確に観察された。変態ひずみ値は、既往文献の理論予測値とほぼ一致した。また、弾性係数と変態応力を理論式から求めた結果は、実験結果と良好な精度で一致した。
3. 単結晶棒材の塑性変形性能と破壊特性でも、強い結晶方位依存性が観察された。結晶方位が $\langle 101 \rangle$ 方向に近い場合、脆性的なせん断破壊か、20%未満の伸びで破壊が生じた（**図 2 (b)**, (c)）。一方、結晶方位が $\langle 112 \rangle$, $\langle 113 \rangle$, または $\langle 001 \rangle$ 方向に近い場合、伸びは 50% から 100% と極めて高い靱性を示した（**図 2 (a)**）。

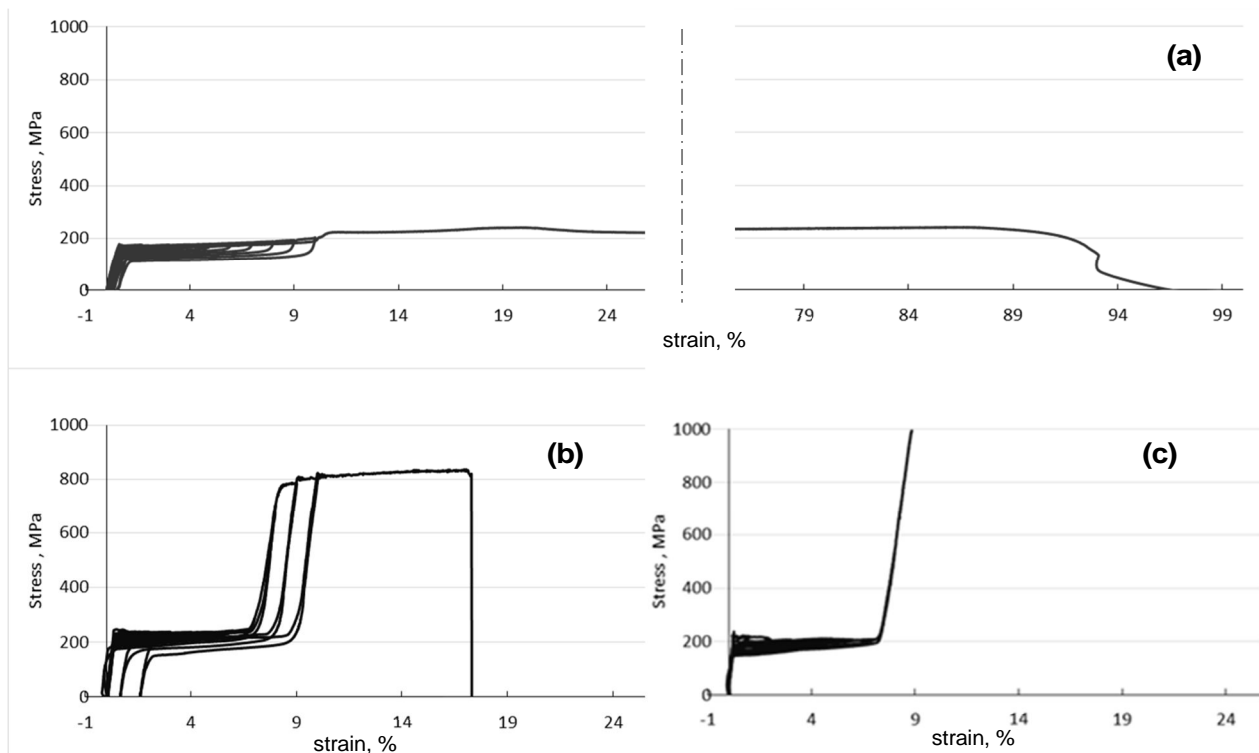


図 2 単結晶部材の代表的な応力 - ひずみ関係

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 喜瀬純男, 荒木慶一, 鹿島大雄, 大森俊洋, 貝沼亮介 | 4. 巻 58 |
| 2. 論文標題 単結晶、非単結晶、多結晶Cu-Al-Mn超弾性合金の繰返し引張サイクル疲労特性 | 5. 発行年 2019年 |
| 3. 雑誌名 銅と銅合金 | 6. 最初と最後の頁 258-262 |
| 掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし | 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2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

| |
|---|
| 1. 発表者名 喜瀬純男, 荒木慶一, 鹿島大雄, 大森俊洋, 貝沼亮介 |
| 2. 発表標題 単結晶、非単結晶、多結晶Cu-Al-Mn合金の繰返し引張サイクル疲労特性 |
| 3. 学会等名 日本銅学会 第58回講演大会 |
| 4. 発表年 2018年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 Yoshikazu Araki, Sumio Kise, Toshihiro Omori, Ryosuke Kainuma |
| 2. 発表標題 Orientation dependence of plasticity and fracture in single crystal Cu-Al-Mn superelastic alloy bars |
| 3. 学会等名 International Conference on Plasticity, Damage, & Fracture 2020 (国際学会) |
| 4. 発表年 2020年 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔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 |
|---------------------------|-----------------------|----|
|---------------------------|-----------------------|----|