

平成 21 年 5 月 7 日現在

研究種目：若手研究（A）

研究期間：2006～2008

課題番号：18686057

研究課題名（和文）高減衰能を有する Fe アルミナイド超弾性鋼板の創製

研究課題名（英文）Development of high damping Fe-Al superelastic alloys

研究代表者

安田 弘行（YASUDA HIROYUKI）

大阪大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60294021

研究成果の概要：Fe<sub>3</sub>Al 単結晶では転位の可逆運動を基調として巨大な擬弾性が生じるものの、多結晶状態では十分な擬弾性が得られなかった。そこで本研究では、粒成長防止材を添加することによりその再結晶・粒成長プロセスを制御することで擬似単結晶化し、多結晶における擬弾性挙動を改善するとともに、同合金の制振特性について評価した。その結果、完全な擬似単結晶化は困難であったが、強度 1 ギガパスカル以上の制振材料の開発に成功した。

交付額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2006 年度	13,900,000	4,170,000	18,070,000
2007 年度	2,100,000	630,000	2,730,000
2008 年度	2,000,000	600,000	2,600,000
年度			
年度			
総計	18,000,000	5,400,000	23,400,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学 構造・機能材料

キーワード：超弾性、金属間化合物、転位、逆位相境界、形状記憶合金、電子顕微鏡、Fe、Al

## 1. 研究開始当初の背景

D0<sub>3</sub>型構造を有する Fe<sub>3</sub>Al 単結晶では、既存の形状記憶合金とは異なり、マルテンサイト変態に因らず、転位の可逆運動を基調として巨大な擬（超）弾性を発現する。安価な Fe-Al 系合金で擬弾性が得られれば、これまで小型で付加価値の高い製品にのみ応用されてきた擬弾性の大規模部材への応用が期待される。この擬弾性の巨大な応力-歪ヒステリシスを活かして、振動吸収能に優れる制振材料が開発可能ではないかと考えた。しかしながら、多結晶状態では結晶粒界が転位の運動を拘束し、十分な擬弾性が得られないことから、その実用化への展開は開けなかった。

## 2. 研究の目的

もし、Fe-Al 合金に加工熱処理技術を駆使して方位分散が 10 度以下の鋭い集合組織を発達させ、擬似的に単結晶化することができれば、多結晶であっても十分な擬弾性が得られ、その実用化が可能になると考えられる。そこで、本研究では、Fe-Si 合金で採用されている集合組織制御プロセスに習い、Fe-Al 合金に粒成長防止剤（インヒビター）を添加することにより、その再結晶・粒成長プロセスを制御することで擬似単結晶化を達成し、多結晶における擬弾性挙動を改善するとともに、その巨大な応力-歪ヒステリシスを活かした高減衰能制振材料としての開発に資す

ることを目的とした。

### 3. 研究の方法

高純度 Fe ならびに Al をアーク溶解により溶解し、Fe-Al 母合金を作製した。得られた試料に 900 で 70%の熱間圧延を施した後、600 で 80 %の温間圧延を施した。その後、700~1000 で 1h の 1 次再結晶処理、1100 24 h の 2 次再結晶処理を施した。次に、図 1 に示すようなインヒビターによる集合組織の先鋭化を狙い、各種遷移金属ならびに AlN や MnS といったインヒビターを単独または複合添加した Fe-Al 合金について、同様の加工熱処理プロセスにより集合組織制御、擬似単結晶化を図った。集合組織の評価には、SEM-EBSD 法を用いた。得られた試料の擬弾性特性は、インストロン型材料試験機、制振特性は歪振幅に応じて、自由減衰法装置(室温、共振周波数、歪振幅  $10^{-4}$ )、動的粘弾性測定装置(DMA) ( $-150 \sim 600$ 、1Hz、シングルカンチレバー使用、 $10^{-4}$  歪振幅  $5 \times 10^{-3}$ )、疲労試験機(室温、 $1.7 \times 10^{-4} s^{-1}$ 、歪振幅  $5 \times 10^{-3}$ )を用いて評価を行った。

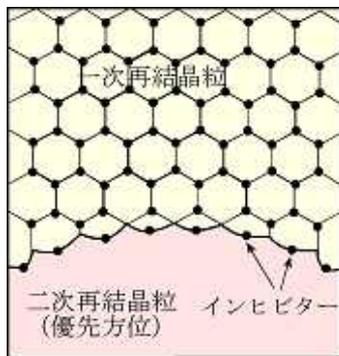


図 1 インヒビター添加による 2 次再結晶の制御の模式図

### 4. 研究成果

(1) 600 で温間圧延を施した試料には、圧延面 ND//<111>の ファイバー、圧延方向 RD//<110>の ファイバーと呼ばれる圧延集合組織が発達する。この集合組織は、典型的な bcc 金属の圧延材に認められるものと同じである。次に、例えば 800 で 1h の 1 次再結晶処理を施すと、ファイバーが支配的となるが、それに加えて少量の {100}<001>の Cube 方位を有する集合組織が発達した(圧延面が {100}、圧延方向が <001>)。また、わずかであるが、{110}<001>の Goss 方位を有する結晶粒も観察された。しかし、いずれにせよ、1 次再結晶段階で、多結晶体の方位分散はきわめて大きい。一方、この結晶粒径は 1 次再結晶温度の増加と共に増加し、1000 で 1h 熱処理した場合、150  $\mu m$  まで成長した。これら試料を塑性歪 2.5%まで引張変形する

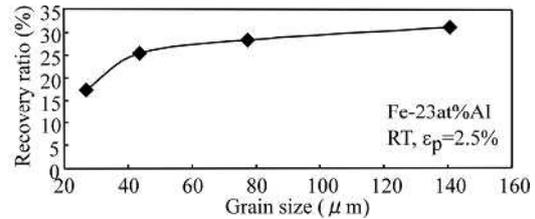


図 2 形状回復率の平均結晶粒径依存性

と除荷時に転位の可逆運動が確認されたが、その形状回復率は平均結晶粒径に依存した。図 2 に、平均結晶粒径と形状回復率の関係を示す。2.5%変形時の形状回復率は結晶粒径の増加とともに増加し、平均結晶粒径 150  $\mu m$  (1000 1h の再結晶処理)で 30%程度となる。ただし、この変形条件では、単結晶ではほぼ 100%の形状回復が得られるので、2 次再結晶によるさらなる集合組織制御(擬似単結晶化)、結晶粒径制御が必要である。

(2) AlN、MnS といったインヒビターをそれぞれ単独、あるいは同時に添加することにより、2 次再結晶での集合組織の先鋭化を図った。なお、インヒビターの添加量は、AlN、MnS ともに 0.25at%程度である。インヒビターを添加すると、図 3 に示すとおり、無添加試料に比べ 1100 における 2 次再結晶(異常粒成長)が促進され、特に、AlN と MnS を同時に添加した試料では、1mm 程度の巨大結晶粒となった。さらに、その集合組織に注目すると、{100}<001>の Cube 方位を有する結晶粒の頻度が増加した。その原因は、1 次再結晶時に存在した Cube 方位粒が、2 次再結晶時に異常粒成長したためと考えられる。なお、Fe-Si 電磁鋼板では、{110}<001>Goss 方位が発達するため、この点で Fe-Al 合金の集合組織は Fe-Si 合金のそれと異なる。しかしながら、場所によっては異常粒成長が完全には起こ

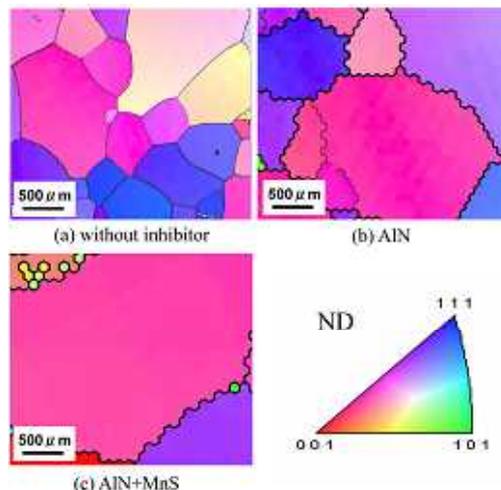


図 3 インヒビター添加による組織制御

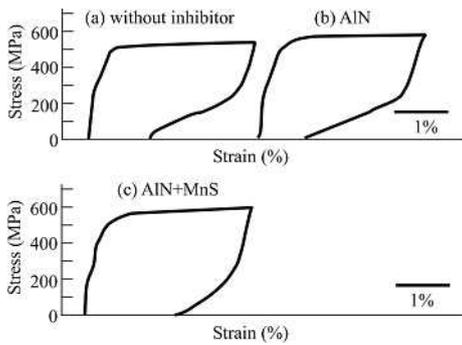


図4 2次再結晶後の応力-歪曲線

っており、組織は若干不均一であった。図4に、2次再結晶を施した試料の応力-歪曲線を示す。無添加試料に比べ、インヒビターを添加した試料では、平均結晶粒径が増加し、Cube方位への集積も増すが、残念ながら形状回復率は逆に低下している。その理由について、インヒビターは1000以上で試料内に溶解することが予想されるが、その際、固溶する元素によって転位の運動が阻害されたためと考えられる。しかし、1100によって2次再結晶処理を施した試料の形状回復率は、最大60%程度に達している。したがって、2次再結晶による組織制御が擬弾性特性の改善に有効であることが明らかとなった。

(3) 実験方法に記した3種類の方法で、Fe-23at%Al多結晶の歪振幅 $10^{-6} \sim 10^{-1}$ の制振特性(内部摩擦)を評価した。図5に、その結果を示す。Fe-23at%Alの制振機構は、歪振幅に応じて3種類に分類される。まず、 $10^{-4}$ 程度までは、磁壁の非可逆運動に由来する内部摩擦が発生した。また、この歪振幅領域で、磁場下の内部摩擦は無磁場下と比べ著しく減少することから、同領域の内部摩擦が磁性に関連していることは明らかである。一方、 $10^{-4} \sim 5 \times 10^{-3}$ 程度では、磁壁移動型の内部摩擦が減少し、代わりに転位の微視的運動によるGranato-Lücke型の内部摩擦が発生した。さらに、 $5 \times 10^{-3}$ 以上では、擬弾性特有の応力-歪ヒステリシスに由来して、巨大な内部摩擦が発生した。さらに、これらのデータに同じ

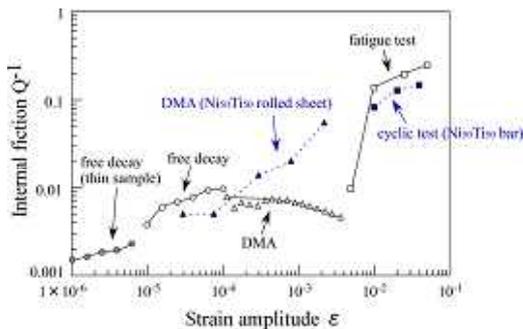


図5 Fe-23at%Al単結晶の内部摩擦の振幅依存性

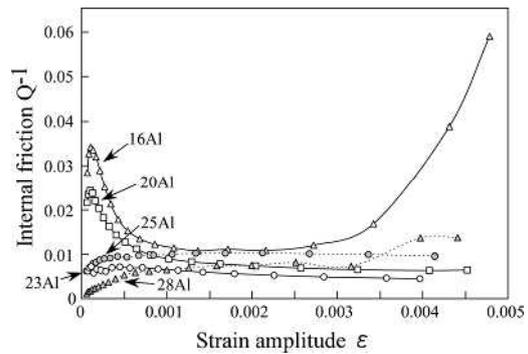


図6 Fe-Al合金の内部摩擦のAl濃度依存性

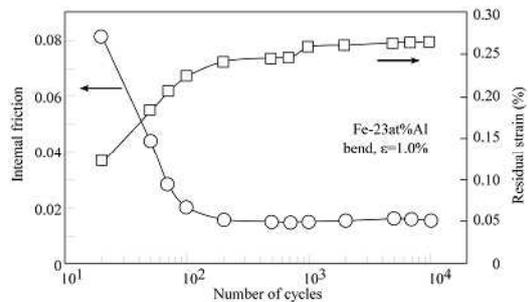


図7 Fe-23at%Al多結晶の1%繰返し曲げ試験における内部摩擦と残留歪の変化

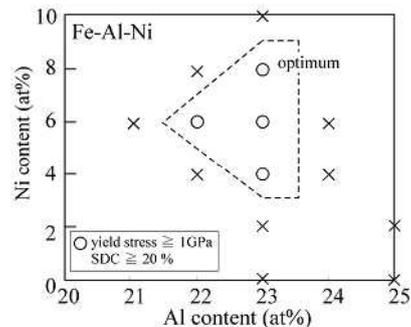


図8 Fe-Al-Ni合金の最適組成 (強度1GPa, 内部摩擦0.032)

く制振合金として期待されるTiNi合金のデータを重ねると、Fe-Al合金はTiNiと遜色ない性能を示すことが明らかとなった。一方、図6に、Fe-16~28at%Alの内部摩擦の歪振幅依存性を示す。Al濃度の低下に伴い、低振幅側の内部摩擦が増加しており、Fe-16at%Alでは0.03程度の値に達する。この値は制振材料としては十分な値である。

(4) 図4に示したとおり、歪振幅が $5 \times 10^{-3}$ 以上では、Fe-Al合金特有の転位の可逆運動により擬弾性に由来して、内部摩擦が発生する。この制振特性が繰返し変形に対し、どのように変化するかを調査した。図7に、1%の繰返し曲げ変形を加えた場合の内部摩擦、残留歪を示す。繰返し変形に伴い内部摩擦は低下し、残留歪が増加する。これは、転位

運動の繰り返しによって加工硬化が生じ、これにより擬弾性特性が劣化したことを示している。しかしながら、 $10^4$ 回でも内部摩擦は0.01以上の高い値を示すことから、大振幅用の制振材料としての応用が期待される。

(5) 図5で示したとおり、歪振幅 $10^{-4}$ 以下の低歪振幅では磁壁の非可逆運動による内部摩擦が発生する。研究の過程で、Fe-23at%Al合金に適量のNiを添加すると、内部摩擦が増加することを確認済みである。そこで、Fe-Al-Ni合金において制振特性を向上する最適組成の探索を行った。その結果、図8に示す組成範囲で、自動車振動源用制振材料の必要条件である強度1GPa以上、内部摩擦0.032(制振係数にして20%)以上を達成した。その理由について、磁壁移動型の内部摩擦は磁歪の3乗に比例することが知られている。Ni添加は、この磁歪を増加させるため、このことが内部摩擦の増加に繋がったものと考えられる。以上から、歪振幅 $10^{-4}$ 以下の低振幅側では、その高強度、高減衰能を活かして、自動車用制振材料としての応用が期待される。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計9件)

H.Y. Yasuda, K. Yamaoka, Y. Oda and Y. Umakoshi: Tension-compression asymmetry of pseudoelasticity in Fe-23.0at.%Al single crystals, Scripta Mater., 59 (2008) 738-741. 査読有

H.Y. Yasuda, K. Fukushima, M. Aoki, and Y. Umakoshi: Temperature dependence of pseudoelasticity and shape memory effect in Fe<sub>3</sub>Ga single crystals with DO<sub>3</sub> structure, ISIJ Inter., 48 (2008) 1014-1019. 査読有

H. Y. Yasuda, T. Kase, S. Minamiguchi, A. Yokoyama, Y. Umakoshi, P. M. Bronsveld and J. Th. M. De Hosson: Effect of third elements on pseudoelasticity in Fe<sub>3</sub>Al single crystals, Mater. Sci. Forum, 561-565 (2007) 391-394. 査読有

H.Y. Yasuda, T. Nakajima and Y. Umakoshi: Temperature dependence of pseudoelasticity in Fe<sub>3</sub>Al single crystals, Intermetallics, 15 (2007) 819-823. 査読有

H. Y. Yasuda, M. Aoki and Y. Umakoshi: Effect of ordering process on pseudoelasticity in Fe<sub>3</sub>Ga single crystals, Acta Mater., 55 (2007) 2407-2415. 査読有

Y. Umakoshi, H. Y. Yasuda and T. Sakata: Control of texture in intermetallic

compounds by thermo-mechanical processing, Solid State Phenomena, 127 (2007) 9-13. 査読有

H.Y. Yasuda, T. Nakajima and Y. Umakoshi: Shape memory effect in Fe<sub>3</sub>Al single crystals with DO<sub>3</sub> structure, Scripta Mater., 55 (2006) 859-862. 査読有

H.Y. Yasuda, S. Murakami, and Y. Umakoshi: Effect of heat treatment on pseudoelasticity in Fe-25.0at.%Al single crystals, Intermetallics, 14 (2006) 1221-1225. 査読有

H.Y. Yasuda, K. Yamaoka and Y. Umakoshi: Pseudoelasticity in Fe<sub>3</sub>Al single crystals under cyclic loading, Mater. Sci. Forum, 512 (2006) 25-30. 査読有

[学会発表](計9件)

H. Y. Yasuda, T. Kase, S. Minamiguchi, A. Yokoyama, Y. Uma-koshi, P. M. Bronsveld and J. Th. M. De Hosson, Effect of third elements on pseudoelasticity in Fe<sub>3</sub>Al single crystals、PRICM-6、平成19年11月6日、韓国・済州島・ICC Jeju

安田弘行、青木満宏、馬越佑吉、Fe<sub>3</sub>Ga単結晶の擬弾性挙動に及ぼす熱処理の影響、第154回日本鉄鋼協会秋季大会、平成19年9月21日、岐阜大学

小田恭宏、安田弘行、馬越佑吉、Fe<sub>3</sub>Ga単結晶における擬弾性のバリエーション、第141回日本金属学会秋期大会、平成19年9月21日、岐阜大学

福島幸記、安田弘行、馬越佑吉、APB擬弾性を示すFe<sub>3</sub>Al単結晶の制振特性、第141回日本金属学会秋期大会、平成19年9月21日、岐阜大学

小田恭宏、安田弘行、馬越佑吉、J.Th.M. De Hosson, P.M. Bronsveld、DO<sub>3</sub>型Fe基化合物単結晶の擬弾性挙動のその場観察、第140回日本金属学会春期大会、平成19年3月29日、千葉工業大学

安田弘行、馬越佑吉、マルテンサイト変態に因らないFe<sub>3</sub>Al単結晶の擬弾性挙動、第140回日本金属学会春期大会、平成19年3月28日、千葉工業大学

Y. Umakoshi, T. Nakajima and H.Y. Yasuda, Effect of dislocation and microstructure of on pseudoelasticity of Fe<sub>3</sub>Al single crystals with DO<sub>3</sub> structure, MRS2006 fall meeting, 平成18年11月27日、米国ボストン、ハインズコンベンションセンター

横山暁政、安田弘行、馬越佑吉、Fe<sub>3</sub>Al単結晶のAPB擬弾性挙動に及ぼすマクロアロイングの影響、第139回日本金属学会秋期大会、平成18年9月18日、新潟大学

柴田健、安田弘行、馬越佑吉、 $\text{Fe}_3(\text{Al}, \text{Ga})$   
擬二元系単結晶の APB 擬弾性挙動、第 139 回  
日本金属学会秋期大会、平成 18 年 9 月 18 日、  
新潟大学

〔図書〕(計 1 件)

安田弘行、馬越佑吉、(他 46 名分担執筆)、  
未来型アクチュエータ材料・デバイス、  
(2006) 59-64.

## 6 . 研究組織

### (1)研究代表者

安田 弘行 (YASUDA HIROYUKI)

大阪大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60294021

### (2)研究分担者

### (3)連携研究者