

Ti-Ni形状記憶合金薄板の作製のための圧延加工法の開発

筑波大学 物質工学系

教授 宮崎修一

(平成8年度研究開発助成AF-96021)

キーワード：形状記憶合金、圧延加工、集合組織

1. 研究の目的と背景

Ti-Ni系形状記憶合金は、実用材として多用される機能材料である。近年、Ti-Ni合金を用いたマイクロアクチュエータが、注目を集めている。その理由は、他のアクチュエータ材料と比較して、単位体積当たりの駆動効率が最も高いからである¹⁾。そのため、マイクロマシンなどの分野での利用が期待されている。そのような分野に応用するためには、材料を薄膜化する必要がある。従来、Ti-Ni合金を薄膜化するためには、スパッタ法や急冷凝固法により作製するのが一般的であったが²⁾、本研究では、冷間圧延と焼鈍を繰り返すことにより、十分に薄い板を作製することを目的とした。この薄板を用いれば、2次元形状のマイクロアクチュエータなどに応用できるが³⁻⁷⁾、圧延による材料特性の変化を評価しておく必要がある。

本研究では、Ti-Ni形状記憶合金薄板の圧延加工法を開発するとともに、圧延率の異なる板材を用いてX線回折により集合組織を測定し、引張試験により形状記憶特性の異方性の評価を行った。また、熱処理温度を変えることによって、形成される集合組織を調べ、その結果に基づいて変態歪みの異方性も評価したので、合わせて報告する。

2. 実験方法

本研究では、Ti-50.2at%Ni二元合金とTi-50.5Ni-0.4Fe(at%)三元合金の2種類について調べた。

まず、Ti-50.2at%Ni合金については、厚さ0.2mmの板材試料からスタートして、冷間圧延率を0%~70%の間で変化させた試料を用意した。試験片を、圧延方向を基準として、0~90度まで、15度間隔で7方位について切り出し、673Kで3.6ksの熱処理を施した。極点図測定用の試料も同様の熱処理を施し、酸研磨で30 μ mの厚さに仕上げた。

Ti-50.5Ni-0.4Fe(at%)合金については、圧延と中間焼鈍を繰り返し、最終冷間加工率を37.5%で仕上げた厚さ100ミクロンの板材を作製した。放電加工機で直径34mmの円形に切り出し、573K、673K、793K、873K、1073K及び1273Kの6つの熱処理温度を選び、それぞれ1時間で熱処理を行った。

変態温度は、示差走査熱量計で測定し、形状記憶特性は引張り試験機を用いて一定応力下で冷却・加熱を行ったときの試料の伸び縮みを測定することにより、各切り

出し角度における変態歪みの測定を行った。X線回折により、格子定数を求め、さらに集合組織の状態を極点図測定により調べた。ここで得られた集合組織の情報を基に、多結晶体で発生する変態歪みの異方性を計算し、実験値と比較を行った。

3. 研究成果

圧延加工の工夫としては、圧延ロールの面を互いに平行にせず、圧延板の厚さが幅方向の中央部で最大になるようにし、圧延板の両サイドに引張り応力がかからないようにした。また、圧延加工率が高い場合には、両サイドに発生する初期の割れを除去することにより、加工を進めた。

3.1 最終圧延加工率の変形集合組織に及ぼす効果

図1は、Ti-Niの単結晶を引張り変形したときに、優先方位バリエーションが成長すると仮定したときの各軸方位に現れるR相変態、マルテンサイト変態に伴い発生する歪みの方位依存性を表している。R相変態について示すと、歪みが発生するのは、[111]方位であり、[001]方向に進むと共に、変態歪みは減少していき、[001]方位では、0%になっている。一方、マルテンサイト変態については、[355]方位で最大の変態歪みが発生する。また、[001]方向に進むにつれて減少するが、減少の割合はR相と比較して小さい。これらの変態歪みの方位依存性を基にして、逆極点図の極密度を用いて、変態歪みの異方性を評価した。

図2は、比較的低い圧延率である、10%圧延材について、代表的な切り出し角度での、逆極点図を示している。RD方向では、[011]、[111]の両方の極密度が高くなっている。 $\beta=15$ 度に移り変わる過程で、[011]極密度が減少し、[111]極密度が増加する。 $\beta=35$ 度では、[111]

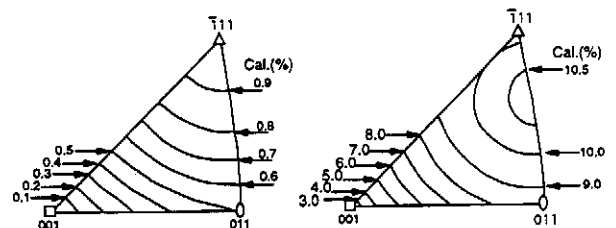


図1 R相変態(左)とM相変態(右)に伴う変態歪みの方位依存性の計算結果

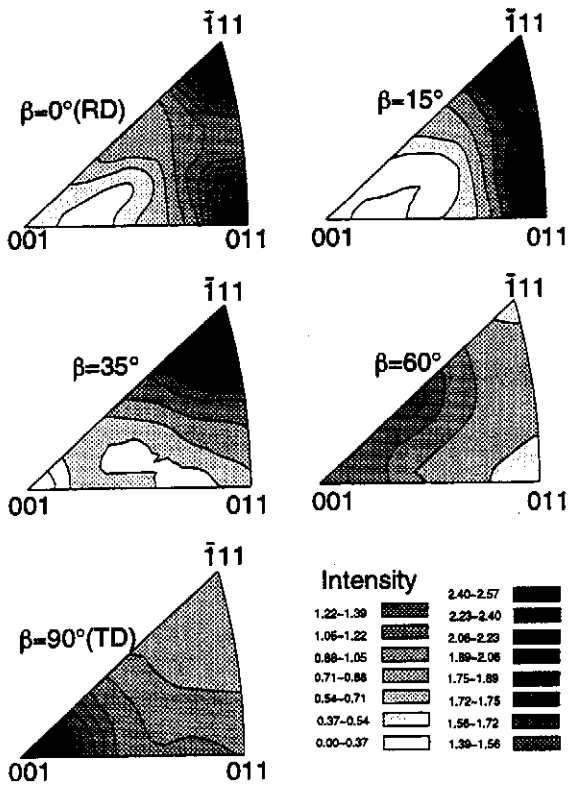


図2 最終冷間加工率が10%のTi-Ni二元合金の逆極点図

で最大になる。45度から、徐々に[001]方向に極密度の高い部分が移動し、最終的に[001]極密度が最大になる。このことは、変態歪みは45度までは大きく、45度から90度では、急激に減少することを示している。

最大の圧延率である、70%圧延率についても、同様の評価をした。RD方向では、極密度の最大値は[011]に集中していたが、20度で[355]を通りながら35度では[111]に移動する。このことは、70%圧延材では、0~35度の間で、変態歪みが最大値を持つ事を意味している。

図3は、変態歪みの計算結果の切り出し角度依存性を、それぞれの圧延率について、比較したものである。R相変態歪みも、マルテンサイト変態歪みも、ほぼ似たような切り出し角度依存性を示している。切り出し角度が0度と90度の所で変態歪みの圧延率依存性は、最も顕著に現れている。また、35度の所では、変態歪みが、圧延率に依存していない。

図4は、集合組織の情報をもとに、70%圧延材において、R相変態歪みと、マルテンサイト変態歪みの切り出し角度依存性を計算したものである。また、図に示したような各応力で実験的に求めた変態歪みを下に示している。応力が増加するのに伴って、変態歪みは全体的に上昇している事が分かる。いずれの実験結果も、計算結果と定性的に同様の変態歪みの異方性を示している。しかし、詳しく見ると、計算結果よりも実験結果の方が、異方性が強く現れている。

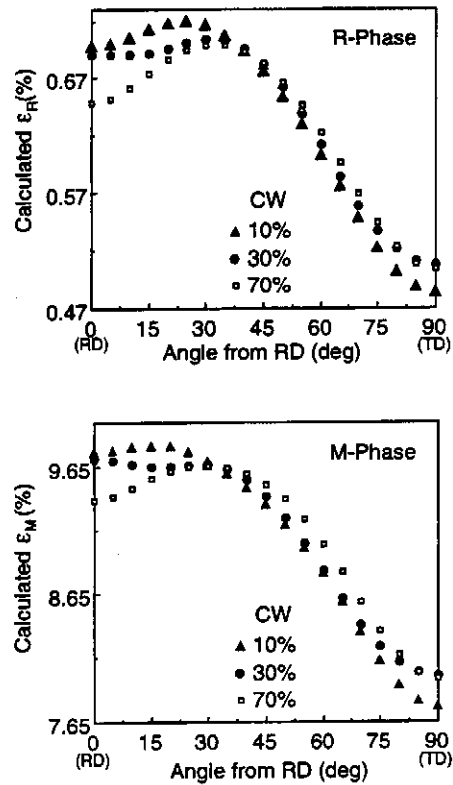


図3 最終冷間加工率がそれぞれ10%、30%及び70%のTi-Ni二元合金のR相変態及びM相変態に伴う、集合組織の情報から計算で求めた変態歪みの切り出し角度依存性

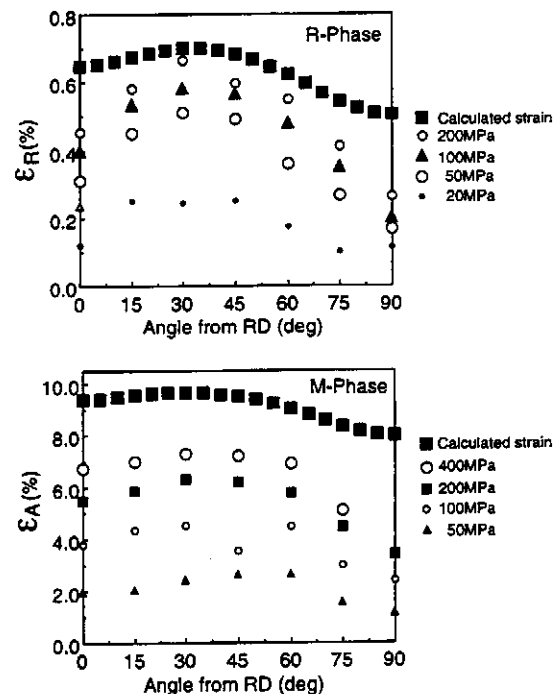


図4 最終冷間加工率が70%のTi-Ni二元合金におけるR相変態及びM相変態に伴う、集合組織の情報から計算で求めた変態歪みと引張り試験で求めた変態歪みの切り出し角度依存性の比較

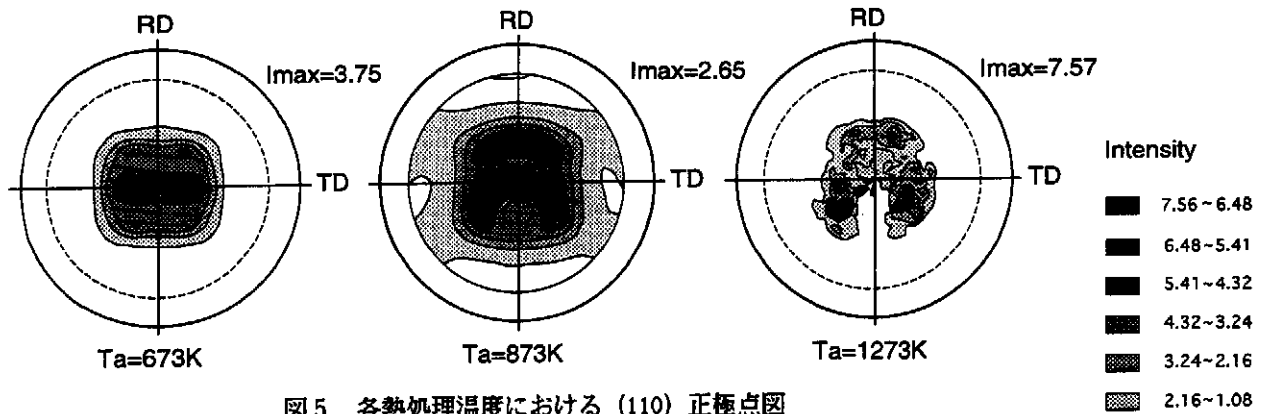


図5 各熱処理温度における(110)正極点図

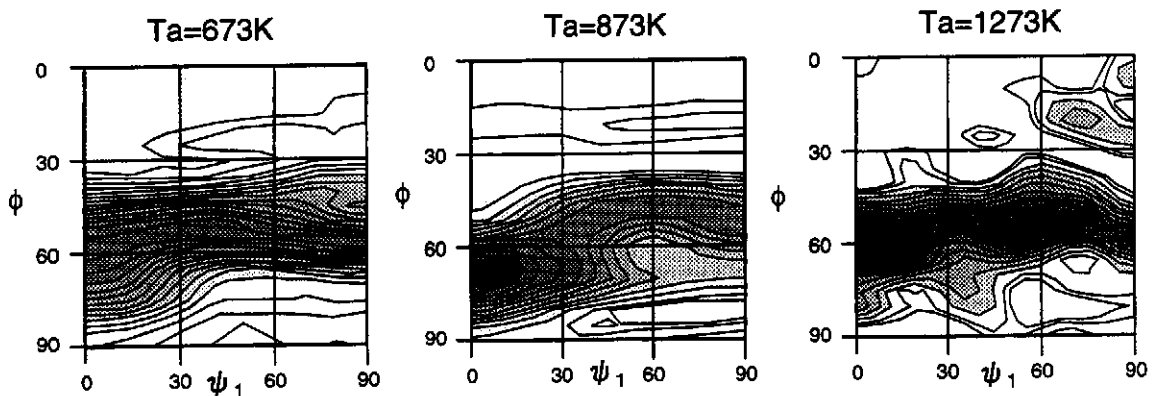


図6 各熱処理温度における $\psi_2=45^\circ$ の断面の結晶方位分布関数ODF

3.2 熱処理温度の集合組織に及ぼす効果

X線回折により正極点図を測定した結果、6種類の熱処理条件の中から異なる集合組織を示す3つの代表的な熱処理条件673K、873K及び1273Kについての結果を以下に示す。

(110)、(200)、(211)の3つの面からの反射を用いて、それぞれの正極点図を測定した。一例として各熱処理温度における(110)正極点図を図5に示している。熱処理温度を高くすると最大強度が強くなる傾向を示している。これらの結果から、いずれの試料でも圧延面として(111)、(221)面が多く存在することが判った。これらのデータから級数展開法を用いて結晶方位分布関数ODFを求めた。 ψ_2 が45度の断面の結果を図6に示してある。673Kで熱処理した場合は再結晶をしていないため加工集合組織を示すと考えられる。(223)から(111)を含んで(332)までの強度の広がりを持った繊維集合組織に近い形をとっている。次に、873Kで熱処理した場合、試料は完全に再結晶した状態であるため、再結晶集合組織に対応している。最大強度を持つ集合組織は(221)[110]集合組織である。さらに結晶粒が成長した段階の組織を示す1273K熱処理材では(332)[110]と(111)[011]集合組織が強くと認められる。次に、ODFから求めた逆極点図で集合組織の状態を観察した一例とし

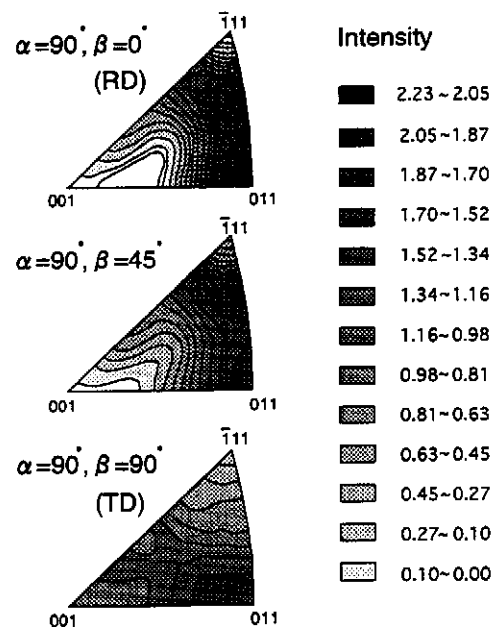


図7 873Kで熱処理を行った時の逆極点図

て、圧延面内において圧延方向であるRD、切り出し角度 45° および圧延方向と垂直な方向であるTDの3つの場合

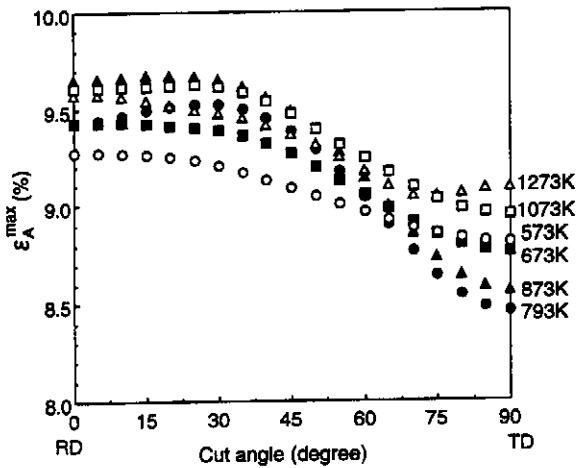


図8 計算したマルテンサイト変態歪みの切りだし角度依存性

の逆極点図を図7にそれぞれ示している。RDでは011と355極密度が高く、切り出し角度45°では355極密度がさらに高くなり、TDでは001方向へ高密度領域は移動していく傾向が見られる。次に、逆極点図の情報を基にして計算したマルテンサイト変態歪みの切り出し角度依存性をすべての熱処理条件について図8に示している。変態歪みの切りだし角度は30°までほぼ一定で、それ以上の角度範囲では減少していく傾向を示した。最後に、変態歪みの異方性を評価するために、切り出し角度に対して計算した変態歪みの最大値と最小値の差を熱処理温度に対してプロットしたのが図9である。中間熱処理温度で変態歪みの異方性が最も強くなることが判った。

4. 結論

最終冷間圧延率を0~70%まで変化させたTi-50.2at%Ni合金薄板に673Kで熱処理を施し、加工集合組織を持つ試料を作成した。これらの試料について変態歪みの異方性に及ぼす圧延率の効果をX線回折と、引張り試験で調べ、以下のような結果を得た。

- (1) 変態歪みの異方性は、主要方位に対応する極密度の変化で説明することができる。いずれの圧延率の試料でも、大まかな傾向として、45度から、切り出し角度の増加に伴って、すみやかに減少しているが、0度~30度の間では、圧延率により最大値をとる角度が異なった。
- (2) 一定荷重下の熱サイクル試験の結果、実験的に求められた変態歪みは、応力の増加に伴って、計算値と同様のレベルまで増加した。また、R相変態、マルテンサイト変態のいずれの実験結果も、定性的には計算結果と同様の変態歪みの異方性を示した。

次に、熱処理効果を調べるために、同じ加工率のTi-Ni-Fe合金を用いて、573Kから1273Kまでの範囲で熱処理温度を変えたときに形成される集合組織を調べた。その結果に基づいて、マルテンサイト変態歪みを計算し変

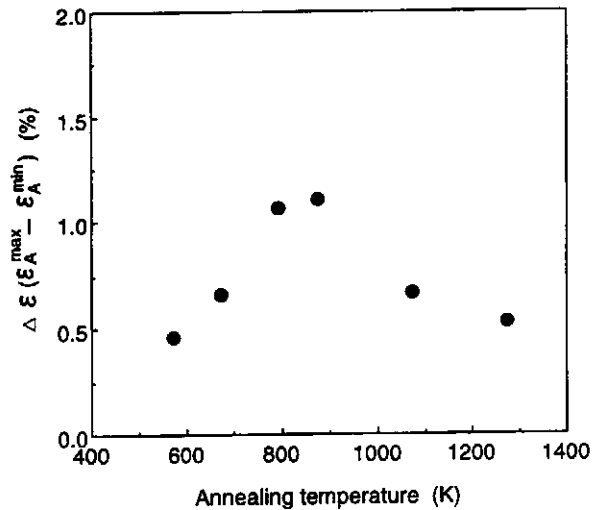


図9 各熱処理温度における変態歪みの異方性

態歪みの異方性についても調べた結果、以下のような結果が得られた。

(3) 逆極点図の情報に基づいて、試料面内における集合組織の状態を検討すると、いずれの熱処理条件でも[011]極密度は圧延方向で最も高くなり、圧延方向から垂直方向に向かって角度が増加すると共に低下した。また、熱処理温度が高くなると、圧延方向における[011]極密度は高くなり、異方性が強くなることが判った。

(4) これらの逆極点図を基にして回復可能歪みを計算した結果、573K、673Kの熱処理条件の試料については、圧延方向から30度をなす角度まではほぼ一定の値を示し、さらに角度が増加すると減少する傾向を示した。793K、873K、1073Kについては、圧延方向から30度をなす角度で最大値を示した後、角度が増加するにつれて減少することが判った。1273K材では、圧延方向から70度付近まで徐々に減少し、最小値を示した後、増加する傾向を示した。

参考文献

- 1) 形状記憶合金の機械的性質 (田中喜久昭、戸伏壽昭、宮崎修一共著), 養賢堂, (1993).
- 2) 宮崎修一、石田章: 金属, 63 (1993) 2, 9.
- 3) S. Miyazaki, K. Kitamura, K. Nomura, F. Dong and H. Tobushi, SPIE Proc. Series Vol.2716 (1996) 95.
- 4) K. Kitamura, S. Miyazaki and M. Kohl, Proc. Inter. Conf. on New Actuators (Actuator-96), Bremen, (1996) 401.
- 5) K. Kitamura, S. Miyazaki, H. Iwai and M. Kohl, Proc. of Inter. Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies, SMST-97, Pacific Grove, California (1997) 47.
- 6) H. Iwai, K. Hirano, Y. Mugishima, T. Nakamura, K. Shiroiyama and S. Miyazaki, *ibid.*, (1997) 53.
- 7) K.D. Skrobaneck, M. Kohl and S. Miyazaki, Proc. of MEMS-97, Nagoya, Japan, (1997) 256.