

超微細組織を利用した高可動転位密度材料の創製とその制振性評価

大阪大学・工・知能・機能創成工学専攻 小泉雄一郎

1. はじめに

近年、電子機器の更なる高集積化や、種々のマイクロマシンやマイクロロボットの実現を目指して、MEMS (Micro Electro Mechanical System) 分野の研究が勢力的になされている。機器の微細化ならびに高集積化が進むにつれて、振動の抑制が従来よりも一層深刻な課題となる。同時にダンパーなどによる免振機構の組み込みが困難となるため、構造部材自身に制振性を付与することが重要となる。

材料自身が示す制振性、すなわち内部摩擦の機構にはいくつかあるが、転位型の内部摩擦が、複合型、双晶型、磁壁型の内部摩擦が比べて、制振性を発現する材料の要素がもっとも小さく、原理的にはマイクロマシン用部材にも適している。一般に、結晶性金属材料に塑性変形を加えれば、材料内部に転位が導入される。しかしながら、圧延などの一般の塑性加工においては、すべり帯やせん断帯等の形成により、転位の分布は不均一となる。たとえ、ミリメートルオーダーでは均一に変形する場合であっても、ミクロンオーダーでは転位密度が様でなく、マイクロマシン用部材にとっては、不均質な組織となってしまう。そこで本研究では、以下に示す二種類の超微細組織を利用して、ミクロンオーダーで均一に転位が分布した金属結晶材料作製し、その内部摩擦測定を行った。具体的には、(i) 繰り返し重ね接合圧延 (ARB) を用いた強ひずみ加工⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾により、超微細結晶粒内に高密度に可動転位が閉じこめられた IF 鋼、(ii) 逆位相領域境界 (APDB) をテンプレートとして可動転位を高密度に導入された Ti_3Al 単結晶 (図 3 参照)、を作製し、その内部摩擦測定を行うことで、制振性を評価し、MEMS や等への応用を指向した高制振性材料としての可能性を探索することを目的とした。

本稿では、本年度までに得られた成果を報告する。

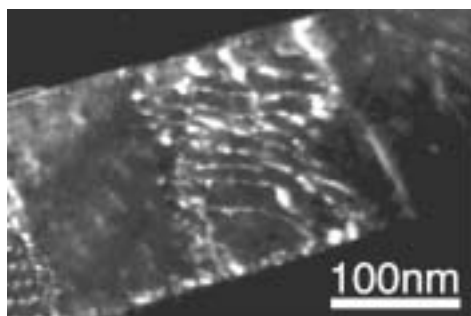


図 1 ARB されたアルミニウムの超微細

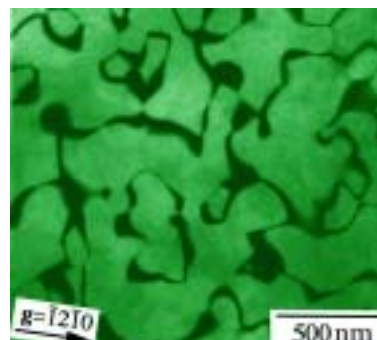


図 2 逆位相領域の透過電子顕微鏡写真

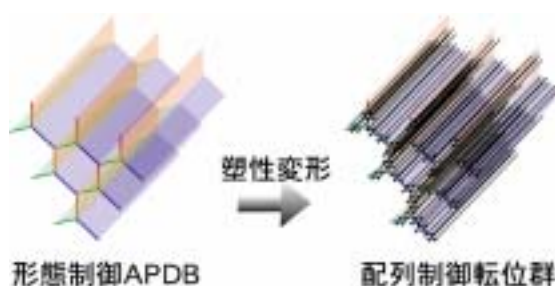


図 3 APDB を利用した可動転位の導入法

2. 超微細結晶粒 IF 鋼 ARB 材の制振性評価

2-1 本研究の目的と背景

繰り返し重ね接合圧延 (ARB) は結晶粒超微細化による材料強靱化のために開発された強ひずみ加工プロセスである⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。ARB により強ひずみ加工を受けたアルミニウムや鉄や中には、結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒組織が均一に形成される。また、最近 ARB されたアルミニウムの超微細結晶粒内部には、相当量の可動転位が存在していることが見出された⁽⁵⁾ (図 1 参照)。すなわち、ARB されたアルミニウムには、ミクロンオーダーで均一に、可動転位が存在することから、ARB は本研究で目指す高可動転位密度材料形成プロセスとしても期待される。実際、ARB されたアルミニウムは、従来よりも数倍高い強度と内部摩擦を同時に示している。この手法は、他の多くの金属材料にも有効なものと考えられ、鉄鋼をはじめとする種々の材料にも、高い制振性を付与できると期待される。本研究では、ARB を施した IF 鋼の制振性を評価し、より高強度なマイクロマシン用制振材としての可能性を探索する。

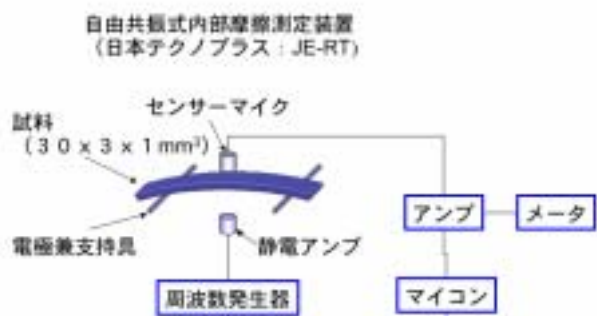


図4 内部摩擦測定装置原理図

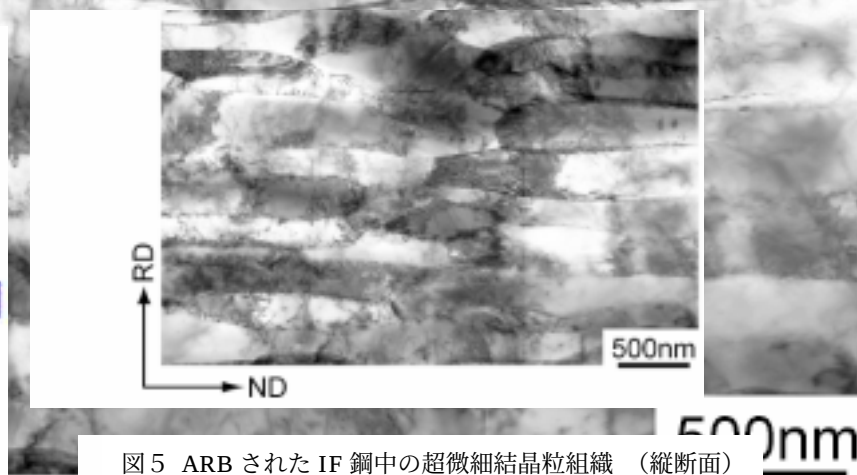


図5 ARBされたIF鋼中の超微細結晶粒組織（縦断面）

2-2 研究手法とその特徴

幅30mm×厚さ1mm×長さ400mmのIF鋼の板材に、圧延温度500℃、1パス当たりの圧下率50%の条件で、5サイクルのARB（相当圧下ひずみ=3.2）を施し、板厚方向の結晶サイズ240nmの超微細結晶粒組織を有するIF鋼を得た。得られた超微細結晶粒材より、幅3mm×厚さ1mm×長さ30mmの内部摩擦測定用板状試験片を切出し、機械研磨の後、内部摩擦測定装置（日本テクノプラス JE-RT）を用いて、共振法により内部摩擦を測定した。また共振周波数と試料サイズ、密度からヤング率を求めた。

本内部摩擦測定装置は、導電性ステンレス細線により試料の節を支持し、静電駆動により非接触で試料を完全に自由に振動させることができる。そのため、試料の固定の具合による測定誤差を避け、精度良く内部摩擦を測定することができる。また、振動周波数を連続的に変化させて振動振幅の周波数スペクトルを解析する共振法の他にも減衰法による内部摩擦測定も可能で、両測定法による測定結果を参照することで信頼性の高い測定が可能である。

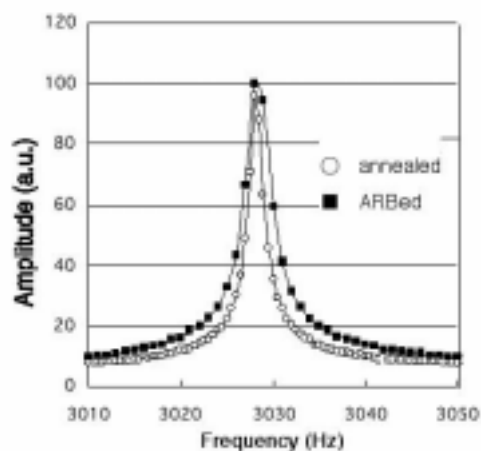


図6 焼鈍材とARB材の共振周波数スペクトル

2-3 超微細結晶粒IF鋼ARB材の粒内転位と内部摩擦

図5はARBされたIF鋼の縦断面をTEMにて観察したものである。圧延方向に伸張した、超微細結晶粒が全面にわたって形成されており、板圧方向の平均結晶粒サイズ（平均結晶粒厚さ： d ）は240nmであった。多くの結晶粒内部には転位線が観察された。転位線が観察されない結晶粒内部にも、ひずみによるコントラストが観察されることから、ほとんどの結晶粒内部に転位が存在するものと考えられる。この試料に400℃にて1800sの焼鈍を施すと、結晶粒内部の転位組織が消失した。

図6に、ARB振動振幅の周波数スペクトルの例として、焼鈍材と、ARBしたままの試料（ARBまま材）の、共振カーブを示す。いずれの場合も、3028Hzをピークとする周波数スペクトルが観測された、ピークの幅は、ARBまま材の方が、焼鈍材の場合に比べて大きく、ARB材ままの内部摩擦の方が高いことが示された。この周波数スペクトルから算出した内部摩擦は 8×10^{-4} であった。

図7に、ARBによる相当圧下ひずみ量の増加に伴う内部摩擦の変化とヤング率の変化を示す。内部摩擦については、共振法による測定値と減衰法による測定値の両方を示している。

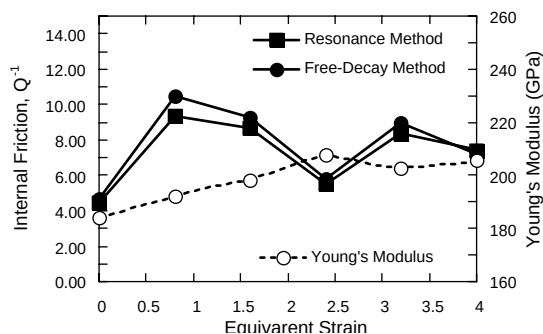


図7 相当ひずみの増加に伴う内部摩擦とヤング率の変化

ひずみ量の増加に伴って内部摩擦は上下に変化した。その変化は共振法ならびに減衰法のいずれの測定結果にも同様に認められ、再現性のあるものと考えられる。ひずみ量0では 4×10^{-4} 程度であった内部摩擦は、0.8のひずみ量において、 1×10^{-3} 以上にまで上昇した。その後、ひずみ量の増加に伴い内部摩擦は減少し、ひずみ量2.4では 5×10^{-4} とひずみ量0の場合に近い値にまで減少した。しかしながら、さらにひずみ量が増加すると再び内部摩擦は上昇し、ひずみ量3.2では 9×10^{-4} にまで上昇した。ヤング率にもひずみ量の増加に伴う変化が認められた。無ひずみの場合には、184GPaであった

ヤング率は、ひずみ量の増加に伴い上昇し、ひずみ量 2.4 では 208GPa にまで上昇した。2.4 以上のひずみにおいては、ひずみ量の増加とともに内部摩擦はほとんど変化せず、200GPa 以上の高い値が保たれた。本研究で得られた内部摩擦値は、制振性のみに特化した他の高減衰能制振材料の値と比べると低いものの、無加工の場合に比べると 50%程度高く、また同時に結晶粒超微細化による、組織の均一性の上昇と、強度の上昇が達成されており、ヤング率も 10%程度も上昇していることから、強ひずみ加工を加えられた鉄鋼材料が、マイクロマシン用制振性構造材料として有望であることが示された。

3. APDB を用いた高可動転位密度 Ti_3Al 単結晶の作製

3-1 本研究の目的と背景

Ti_3Al は、 D0_{19} 型規則構造をもつ金属間化合物であるが、高温では不規則 HCP 構造へと変態する。そのため、規則構造発達の過程で、逆位相領域(APD)が形成される。最近、APD を有する Ti_3Al に、柱面すべりによる数%の塑性ひずみを与えると、APD 同士の境界である逆位相領域境界 (APDB) に沿って転位が配列し、転位がミクロンオーダーで均一に分布した組織が形成されることが、申請者により見出された。また、APDB 上に配列した転位は、転位ネットワークや転位セル壁を構成する転位とは異なって、不動化しておらず、ある程度の応力が加わると運動することができると考えられる。すなわち、APD を導入した Ti_3Al に塑性変形を加えると、高密度かつミクロンオーダーで均一に可動転位を導入することができる。本研究では、APD を有する Ti_3Al 単結晶に、種々の塑性ひずみを加え、形成される転位組織を観察するとともに内部摩擦を測定し、軽量高強度かつ耐熱性に優れたマイクロマシン用制振材料開発の可能性を探索する。

3-2 研究手法とその特徴

Ti-25.0at%Al 組成の母合金をアーク溶解法により溶製後、光学式浮遊帯域熔融法を用いて単結晶を作製した。得られた結晶を規則-不規則変態点直上の 1125°C から氷水中に焼入れた後 900°C にて 10^4s 焼鈍することで、平均サイズ 250nm の APD を導入した。このサイズは、すでに高い制振性の発現が達成されている超微細結晶粒アルミニウムの結晶粒サイズと同程度のサイズとして選択した。その結晶から、柱面すべり系のみが活動する荷重軸をもつ、サイズ $2\text{x}2\text{x}5\text{mm}^3$ の圧縮試験片ならびにゲージ部 $2\text{x}1\text{x}5\text{mm}^3$ 引張試験片を作製し、圧縮または引張変形により 2 ~ 50%の塑性ひずみを与えた。変形した結晶内部の転位組織を透過型電子顕微鏡にて観察した。本手法の特徴としては、元来塑性加工が困難である金属間化合物を、結晶塑性異方性を積極的に利用することで、複数のすべり系が同時に活動することを抑制し、転位セル壁や転位ネットワークの形成による転位の不動化を生じさせずに、大きな塑性加工を加える点にある。本手法は、対称性の高い FCC 構造ベースや、BCC ベースの規則構造をもつ他の金属間化合物では実現し難い手法であり、六方晶ベースの D0_{19} 型構造をもつ Ti_3Al の結晶構造と柱面すべり系の特徴⁽⁶⁾⁻⁽¹⁰⁾を生かした画期的な手法であると言える。

3-3 APD を有する Ti_3Al 単結晶に形成される転位組織

図 8 (a) は 5%の塑性ひずみにより形成された転位組織を $\{1100\}$ すべり面で観察したものである。APD が存在にしない

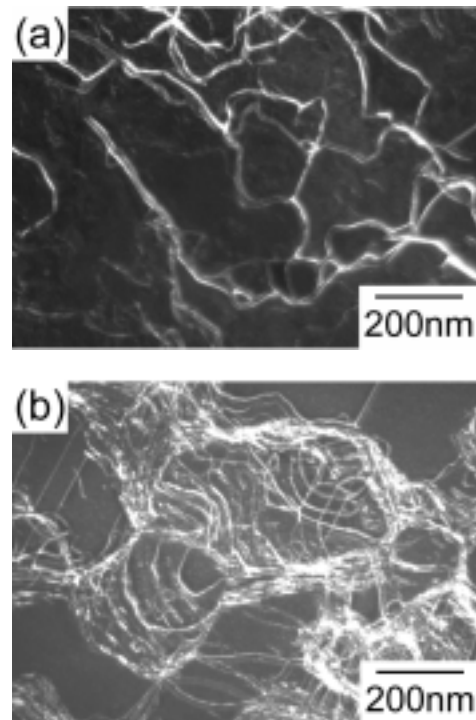


図 8 APD ($\bar{d}=250\text{nm}$) を有する Ti_3Al の変形下部組織:(a) $\epsilon_p=5\%$, (b) $\epsilon_p=50\%$.

場合には、 $[0001]$ 刃状方向や、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ らせん方向に配向する性質をもつ柱面転位が、特定の結晶学的方位には配向しておらず、曲がりくねったモホロジーを呈して存在した。その転位の描く曲線は、APDB のそれと似ていることから、転位は APDB 上に配置されいることがわかる。また、各転位線は 2 本、3 本あるいは 4 本の平行な線として観察されたことから、超格子部分転位対またはその双極子として存在していることがわかる。この観察結果より、転位はほぼ APDB に沿って存在していると考えられ、本研究の目的の一つである、転位をミクロンオーダーで均一に分布させることが、APDB を用いることで可能となることが確認された。しかしながら、転位密度は ARB されたアルミニウムと比べて 10 分の 1 程度と低く、また、APDB 上に存在している転位の中には、双極子を形成しているものが多くそのモビリティはあまり高くないことが予想される。そこで、より大きな塑性ひずみを与えることで APD 内部にも転位を導入するべく、50%の塑性変形を加えた。その変形後の転位組織を図 8 (b)に示す。APD 内部にも転位が存在しており、それらの転位は双極子を形成していないことから、APD 内部に高密度に可動転位を導入されていると考えられる。転位密度は、ARB された超微細結晶粒アルミニウム中と同程度かそれ以上であり、高い内部摩擦が発現するものと期待される。高密度に可動転位が存在する APD に隣接して、転位のほとんど存在しない APD が観察され、転位の分布が完全には均一ではないものの、この程度の不均一性は一般の加工組織に比べて数分の一程度と小さく、10 ミクロン以上の大きさを持つ部材への適用は十分可能であると考えられる。より微小な部材に適用できる転位組

織形成の可能性を探るため、平均 APD サイズ 100nm の Ti_3Al 単結晶に柱面すべりによる塑性ひずみを 2% 与え、形成される転位組織を観察した。図 9 に、その転位組織をすべり面に垂直な方向から観察した結果を示す。平均 APD サイズ 250nm の場合と同様、転位は特定の結晶学的方位には配向しておらず、APDB に沿って分布していることが確認された。転位の分布は、APD サイズの減少に伴って、APD サイズ 250nm の場合よりも均一になっている。また、超格子転位の双極子は観察されておらず、各々の転位は平均 APD サイズ 250nm の場合よりも運動し易くなっている可能性もある。さらに、超格子分転位対としてではなく、独立した超格子部分転位として存在する転位も多く存在した。このような転位が運動する際には、背後に APB を形成しなければならず、応力負荷時の運動開始が困難となる反面、徐荷時のバックモーションが容易となることが予想され、その結果として、特異な内部摩擦挙動を発現する可能性もある。

現時点では、柱面すべり系の活動が容易となる方位に配向しつつ、30mm と比較的サイズが大きく内部摩擦測定に供することのできる単結晶が得られていないため、上述のような転位組織を有する Ti_3Al 単結晶の内部摩擦測定を行うには至っていない。しかしながら、転位組織観察の結果からは、高い制振性が発現すると期待され、本手法が 500°C 程度以下の比較的高い温度での使用が想定される、耐熱マイクロマシン用制振性構造材の製造法となる可能性が高まった。

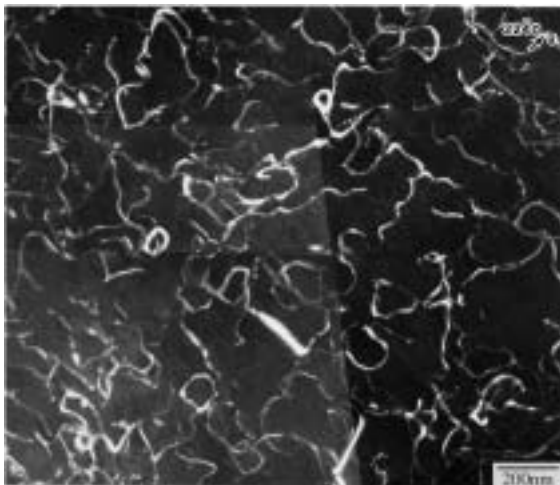


図 9 APD ($\bar{d}=100\text{nm}$) を有する Ti_3Al の変形下部組織: $\varepsilon_p=2\%$

4. 終わりに

マイクロマシン用制振性構造部材への応用を指向して、超微細組織を利用して、高密度に可動転位を導入することを試みた。一つ目として、ARB 法により結晶粒超微細化された IF 鋼に注目した。ARB された IF 鋼には、結晶粒サイズ 240nm の超微細結晶粒が試料全体に渡って均一形成され、その結晶粒内部には、相当量の転位が観察されたことから、本研究で

目指していた、高密度な可動転位がミクロンオーダーで均一に分布した材料が、IF 鋼の ARB によっても、アルミニウムの ARB と同様に、作製できることが明らかとなった。得られた内部摩擦値は 1×10^{-3} と、ARB されたアルミニウムに比べて低いものの、降伏応力ならびにヤング率の上昇といった強度の上昇と同時に内部摩擦の向上が得られたことは、高強度なマイクロマシン用制振性構造部材を得る手法として、ARB 法が有望であることを意味している。また、ひずみ量に伴う内部摩擦の変化は単調ではなく、特定のひずみ量で最大となることから、適切な加工の条件を探索することにより、より優れた制振性が得られることも期待される。具体的には、粒径調整焼鈍と付加的圧延を組み合わせること等により、粒径と転位密度を制御することの研究が、今後のこの分野の発展につながるものと考えられる。二つ目として、金属間化合物の規則化過程に形成される APDB をテンプレートとして、高密度に可動転位を導入する試みを、軽量耐熱材料として注目されてきた Ti_3Al を用いて行った。本研究では、APD のサイズを、アルミニウムの ARB で得られる超微細結晶粒のサイズと同程度の大きさをもつ、APD サイズ 250nm の Ti_3Al 単結晶に、柱面すべりによる塑性変形を与えた。特定の APD 内部には超微細結晶粒アルミニウム ARB 材よりも高くなっており、高い内部摩擦が期待されるものの、内部に転位がほとんど存在しない APD も同時に観察されたことから、転位密度の均一性の上では、さらに向上させる余地がある。その方法として、(I) 圧縮-引張繰り返し変形による転位を強制的に往復運動させる等、塑性変形の付加条件の最適化、(II) サイズや形態の異なる APD 組織を利用する、転位配列テンプレートの最適化、という二つの観点から今後の研究を展開することも視野に入れている。

5. 文献

- (1) Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai, *Acta Mater.* 47 (1999) 579.
- (2) Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R. G. Hong, *Scr. Mater.* 39 (1998) 1221.
- (3) N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya and T. Sakai, in R. S. Mishra, S. L. Smiatin, C. Suryanarayana, N. N. Thadhani and T. C. Lowe (Eds.), *Ultrafine Grained Materials*, TMS, Warrendale, 2000, p. 207.
- (4) X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen and Y. Minamino, to appear in *Mat. Sci. Eng. A* (2002).
- (5) Y. Koizumi, M. Ueyama, N. Tsuji, Y. Minamino and K. Ota, to appear in *J. Alloys Com.*

- (6) Y. Minonishi: Philo. Mag. A 63, 1085-1093 (1991).
- (7) T. Nakano, Y. Koizumi, T. Tsujimoto, Y. Umakoshi,
Intermetallics 4, 571-579 (1996).
- (8) T. Nakano, Y. Umakoshi: J. of Alloys Comp. 197, 17-20
(1993).
- (9). T. Nakano, B. Ogawa, Y. Koizumi, Y. Umakoshi, Acta
Mat 46, 4311-4324 (1998).
- (10) Y. Koizumi, T. Nakano, Y. Umakoshi, Intermetallics 8,

