

## 鉄系形状記憶合金の形状回復特性

小池, 拓 / KOIKE, Taku

---

(発行年 / Year)

2008-03-24

(学位授与年月日 / Date of Granted)

2008-03-24

(学位名 / Degree Name)

修士(工学)

(学位授与機関 / Degree Grantor)

法政大学 (Hosei University)

2007 年度

修士論文

# 鉄系形状記憶合金の形状回復特性

小池 拓

法政大学大学院工学研究科機械工学専攻修士課程  
学籍番号 06R1109

指導教員 直井 久 教授

主査 直井 久 教授  
副査 大川 功 教授

## SHAPE RECOVERY CHARACTERISTICS OF FERROUS-BASED SHAPE MEMORY ALLOY

Taku Koike  
Master's Thesis  
Graduate School of Engineering  
Hosei University

## 目次

|         |                               |    |
|---------|-------------------------------|----|
| 1.      | 緒論                            | 2  |
| 1. 1    | 形状記憶合金                        | 2  |
| 1. 2    | 鉄形状記憶合金                       | 7  |
| 1. 2. 1 | 形状回復挙動                        | 7  |
| 1. 2. 2 | 自由エネルギーと相変態                   | 9  |
| 1. 2. 3 | 物理的特性および機械的特性                 | 10 |
| 1. 2. 4 | 形状回復特性                        | 11 |
| 1. 3    | 研究の目的                         | 15 |
| 2.      | 二軸応力による予ひずみ付与と形状回復特性          | 18 |
| 2. 1    | 緒言                            | 18 |
| 2. 2    | 実験方法                          | 18 |
| 2. 2. 1 | 球頭ポンチ張出し成形による予ひずみ付与と形状回復処理    | 18 |
| 2. 2. 2 | マルシニアック法張出し成形による予ひずみ付与と形状回復処理 | 22 |
| 2. 2. 3 | ねじり変形による予ひずみ付与と形状回復処理         | 24 |
| 2. 3    | 実験結果及び考察                      | 26 |
| 2. 3. 1 | 球頭ポンチ張出し成形による予ひずみ付与と形状回復処理    | 26 |
| 2. 3. 2 | マルシニアック法張出し成形による予ひずみ付与と形状回復処理 | 28 |
| 2. 3. 3 | ねじり変形による予ひずみ付与と形状回復処理         | 30 |
| 2. 4    | 結言                            | 32 |
| 3.      | 単軸引張応力による予ひずみ付与と形状回復応力        | 33 |
| 3. 1    | 緒言                            | 33 |
| 3. 2    | 実験方法                          | 33 |
| 3. 2. 1 | 予ひずみ付与                        | 33 |
| 3. 2. 2 | 形状回復処理                        | 34 |
| 3. 3    | 実験結果および考察                     | 36 |
| 3. 3. 1 | 形状回復時に発生する形状回復応力              | 36 |
| 3. 3. 2 | 形状回復処理温度と形状回復応力               | 37 |
| 3. 3. 3 | 拘束条件と形状回復応力                   | 39 |
| 3. 4    | 結言                            | 40 |
| 4.      | 結論                            | 41 |

## 1. 緒論

### 1. 1 形状記憶合金

形状記憶合金とは、いったん形状を記憶させると形状を変形させても、加熱するだけで元の形に戻る形状記憶効果を持つ合金であり、形状記憶材料の一つに数えられる<sup>1)、2)</sup>。他の形状記憶材料とは異なり、形状が回復するときのひずみ(形状回復ひずみ)は、1~10%程度と完全には元の形には戻らないものの、変位を拘束させた状態で形状回復させた際に発生する応力(形状回復応力)は150~400MPaであるため、実用化に際してはこの形状回復応力を利用することが多い。

形状記憶効果は、1951年に単結晶のAu-Cd合金において初めて発見され<sup>3)</sup>、1953年にはIn-Tl合金でも確認された<sup>4)</sup>。その後、数多くの合金で形状記憶効果が見出されてきた。実用化に向けた動きは、1963年に多結晶のTi-Ni合金が極めて良好な形状記憶効果を持つことが発表されてからである。1970年に、Cu-Al-Ni合金にも見出されている。そして、1982年には東京工業大学の森・佐藤らによって単結晶のFe-Mn-Si合金で形状記憶効果が確認された<sup>5)</sup>。表1.1に非鉄形状記憶合金とその特徴を示す。

表 1.1 非鉄形状記憶合金とその特徴

| 合金       | 組成<br>at%     | 結晶構造変化                           | 構造の規則性 | 温度ヒステリシス<br>K |
|----------|---------------|----------------------------------|--------|---------------|
| Ag-Cd    | 44-49Cd       | B2-2H                            | 規則     | ~15           |
| Au-Cd    | 46.5-50Cd     | B2-2H                            | 規則     | ~15           |
| Cu-Zn    | 38.5-41.5Zn   | B2-9R, rhombohedral M9R          | 規則     | ~10           |
| Cu-Zn-Si | 数 at%         | B2(D03)-9R, M9R(18R, M18R)       | 規則     | ~10           |
| Cu-Al-Ni | 28-29Al-4.5Ni | D03-2H                           | 規則     | ~35           |
| Cu-Au-Zn | 23-28Au-45Zn  | Heusler-18R                      | 規則     | ~6            |
| Ni-Al    | 36-38Al       | B2-3R                            | 規則     | ~10           |
| Ti-Ni    | 49-51Ni       | B2-monoclinic<br>B2-rhombohedral | 規則     | 20~100<br>1~2 |
| In-Tl    | 18-23Tl       | FCC-FCT                          | 不規則    | ~4            |
| Mn-Cu    | 5-23Cu        | FCC-FCT                          | 不規則    | —             |

その後、それぞれの成分系で形状記憶能の向上が図られているが<sup>6)、7)</sup>、多結晶で良好な形状記憶効果を示し、実用化に向けて開発されている材料は、Ti-Ni系、Fe-Mn-Si系である。Ti-Ni系合金はそれまでの形状記憶合金とは異なり、製造加工がそれほど難しくなく、コイルバネのような複雑な形状の素子が作れるなど多くの利点を持っており、1970年にはパイプ継手として実用化された。

## 形状記憶合金の形状回復効果

一般に、金属材料に外力を加えると、最初は強い変形抵抗を示し外力に比例してひずみが増加する。外力を取り除くとひずみは無くなり、弾性変形で元の形状へと戻る。しかし、外力が材料の降伏点を越えると、材料は塑性変形し外力を取り除いても元の形状へは戻らない。塑性変形が起こるには、以下のどちらかが起こる必要がある。

- (1) 一般の金属に見られる、転位を導入してすべりによるせん断変形が起こる。
- (2) 結晶中の原子の連帯運動によるもので、熱弾性型または応力誘起型マルテンサイト変態が起こる。

形状記憶合金は後者であり、転位によるすべり変形とは異なる。形状記憶効果は母相へ戻るマルテンサイト逆変態に伴う形状回復現象である。このように、形状記憶合金は温度および応力に依存して生じるマルテンサイト変態とその逆変態によって形状回復する機能を有する合金である。

形状記憶合金に現われるマルテンサイト変態には熱弾性型と非熱弾性型があり、形状回復挙動により一方向性と二方向性に分類される。Ti-Ni 系および Cu 系は熱弾性型マルテンサイト変態であり、二方向性の形状回復挙動を示す。一方、鉄系は非熱弾性型である応力誘起型マルテンサイト変態であり、変態温度ヒステリシスが大きい一方向性である。

図 1.1 に、熱弾性型マルテンサイト変態および非熱弾性型マルテンサイト変態を電気抵抗—温度関係の模式的な比較図<sup>8)</sup>に示す。

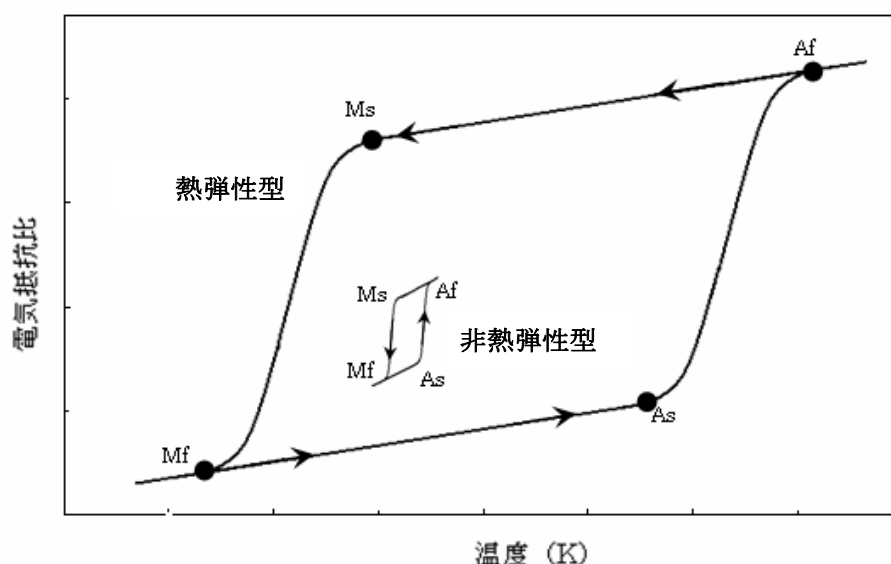


図 1.1 マルテンサイト変態における温度ヒステリシス<sup>8)</sup>

$M_s$  はマルテンサイト変態開始温度、 $M_f$  はマルテンサイト変態終了温度、 $A_s$  は母相へ戻るマルテンサイト逆変態開始温度、 $A_f$  はその終了温度である。熱弾性型マルテンサイト変態の温

度ヒステリシスが大きい理由の一つは、マルテンサイト相と母相の界面が整合性を保つために、多量の転位等の格子欠陥を導入して、塑性変形を行わなければならないためである。一方、非熱弾性型マルテンサイトの合金は、転位などによる塑性変形を起こさなくても、マルテンサイト相と母相の界面は整合しており、界面エネルギーが低く、塑性変形のためのエネルギーも要らないため、変態温度ヒステリシスは小さくなる。

図 1.2 に、各温度域で変形させたときに得られる応力-ひずみ線図を示す。

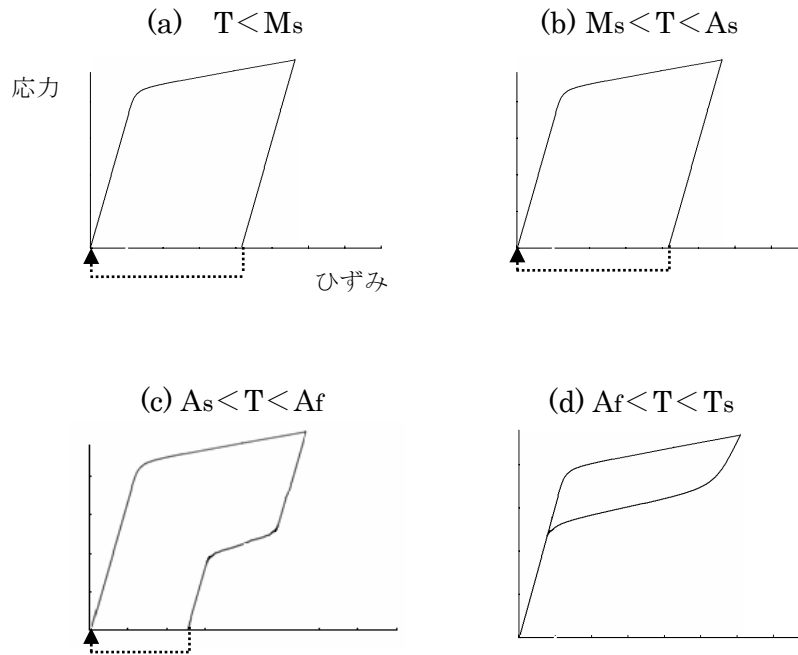


図 1.2 応力-ひずみ曲線の温度依存性

変形時の温度を  $T$  とすると、 $T < M_s$  の温度範囲では、主として熱的に形成された多くのマルテンサイト兄弟晶が、外力に対して優先方位となる兄弟晶へと再配列することにより変形が進行する。この時、図(a)のように外力を除いてもひずみは元へ戻らず、 $A_f$  点以上の温度へ加熱することにより、破線で示すように形状回復する。

図(b)のように、 $M_s < T < A_s$  の温度範囲では外力によりマルテンサイトが誘起されるが、この場合も除荷してもひずみは元に戻らず、 $A_f$  点以上の温度への加熱することによって破線のように形状回復する。

$A_s < T < A_f$  の温度範囲では、応力誘起したマルテンサイト相の一部は、除荷により逆変態し、残りは残留するため、図(c)のように超弾性と形状記憶効果が共存する。 $A_f < T$  では、図(d)のように完全な超弾性が現われる。表 1.2 に、代表的な熱弾性型の Ti-Ni 系合金と応力誘起型の鉄系合金とを比較する。

表 1.2 Ti-Ni 系形状記憶合金と鉄系形状記憶合金の比較<sup>6)</sup>

|         | Ti-Ni 系 | 鉄系        |
|---------|---------|-----------|
| 形状回復ひずみ | 8%      | 4%        |
| 形状回復力   | 400MPa  | 200MPa    |
| 形状回復温度  | 80℃     | 400℃      |
| 相変態     | 熱弾性型    | 応力誘起型     |
| 形状回復方向  | 二方向性    | 一方向性      |
| 加工性・溶接性 | 難       | 易         |
| コスト     | 1       | 1/10~1/20 |

Ti-Ni 系合金は、形状回復量は最大 8%と大きく、形状回復を繰り返し行ったときの形状回復特性の劣化は少ない。しかし、鉄系合金と比べて単位重量当たりのコストが高く、加工性も劣るため、主として小型のアクチュエータ<sup>9)</sup>や、小型の精密機械、医療用器具、また、超弾性機能を利用して携帯電話用アンテナ、めがね用フレーム等にも実用されている。

一般の金属のすべり変形と Ti-Ni 系合金と鉄系形状記憶合金が形状記憶効果を示すときに変形を担う原子の動きの模式図を図 1.3-5 に示す。

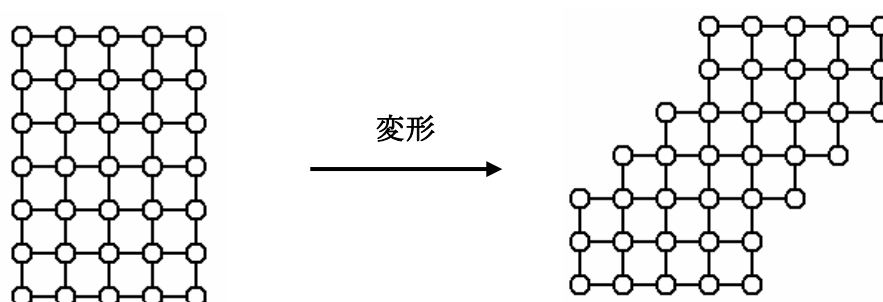


図 1.3 一般的なすべりによる変形

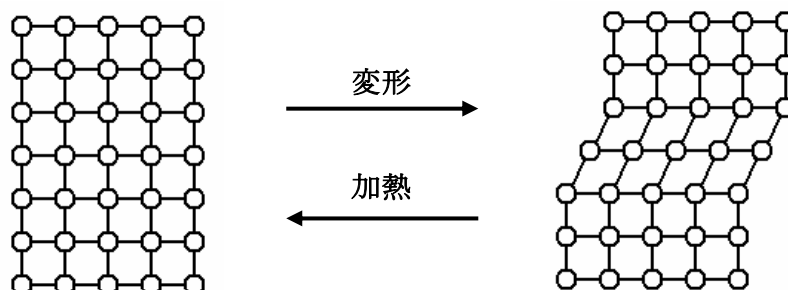


図 1.4 鉄系形状記憶合金の応力誘起マルテンサイト変態

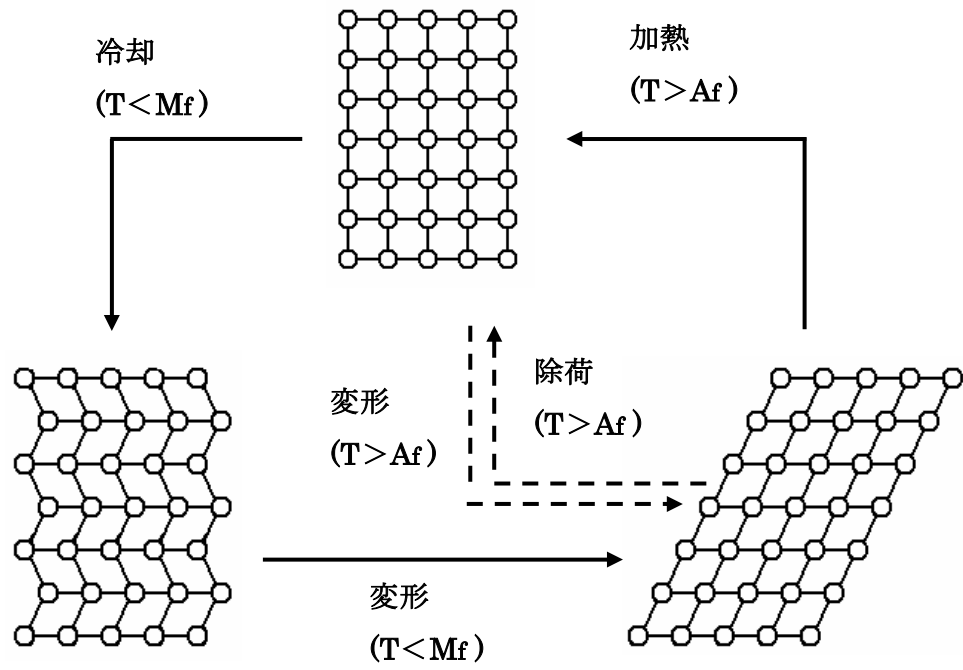


図 1.5 Ti-Ni 系形状記憶合金の熱弾性型マルテンサイト変態(実線矢印)と超弾性(破線矢印)



## 1. 2 鉄系形状記憶合金

鉄系形状記憶合金の研究は、1982年に佐藤・森らによって単結晶のFe-Mn-Si合金に形状記憶効果があることが発見された<sup>5)</sup>ことに始まる。この時に用いられた合金はFe-30Mn-1Si(mass%)であり相変態温度( $M_s$ )が370K付近であった。この相変態温度を下げるべく、Fe-30Mn-6Si(mass%)に成分調整された。1984年から新日本製鐵(株)で実用化に向けた多結晶Fe-Mn-Si合金の開発が始まり、1986年には村上らによって実用化された多結晶Fe-Mn-Si合金の基本成分が確立された。その後、延性や強度、耐食性などの改善に向け数々の鉄系形状記憶合金が開発されてきた。その中でも実用化への期待が高まり、研究が進められているものが、Fe-28Mn-6Si-5Cr(mass%)合金である。

鉄系形状記憶合金は、Ti-Ni系合金の代替として開発が進められてきたが、近年一方向性の形状記憶効果を持ち、形状回復ひずみは最大で4%程であること、Ti-Ni系と比べ比較的安価であり加工性が良好であることから、大型の機能性構造用材への適用が期待され、形状記憶合金管継手<sup>10, 11)</sup>や緩み防止ナット<sup>12)</sup>、レール間の隙間を縮めるための締結部材などへの適用が検討され始めている。また、更なる形状回復能を向上させるためにNbの添加や、Mnを減らしコストダウンと加工性の向上も試みられている<sup>13)</sup>。

これまでの研究では、主に合金の成分設計を目的としており、単結晶の理想状態における形状回復特性は概ね解明されてきた。次に、鉄系形状記憶合金の実用化に向け多結晶体での形状回復特性の把握が重要となってきた。

鉄系形状記憶合金の成分は、形状回復能の向上、加工性や耐食性の考慮および $M_s$ 点が室温付近となるような成分調整の結果、Fe-28Mn-6Si-5Cr(mass%)が開発された。本論においても、鉄系形状記憶合金の最適成分系として、Fe-28Mn-6Si-5Cr(mass%)を用いる。

### 1. 2. 1 形状回復挙動

鉄系形状記憶合金において形状回復効果を発現させるためには、材料の形状を拘束して約1000℃での熱処理・焼鈍しを施し元の形状を規定する『形状記憶処理』、引張・圧縮などの加工により予め変形を施す『予ひずみ付与工程』、350~400℃で10分程度の加熱と保持を施して、逆変態することで形状を回復させる『形状回復処理』の3工程が必要となる。

形状記憶処理では、材料の組織はすべて母相である $\gamma$ 相となる。予ひずみ付与工程による変形では、変形と共に $\gamma$ 相から応力誘起マルテンサイト相である $\epsilon$ 相への変態が部分的に生じる(図1.4)。そして、形状回復処理を施すことにより、 $\epsilon$ 相から $\gamma$ 相へと逆変態することにより、付与した変形が回復する。すなわち、鉄系形状記憶合金の形状上回復効果は、この $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ 相変態によるものである。

$\epsilon \rightarrow \gamma$ 相変態は、ショックレイ部分転位による。予ひずみの小さい範囲では全ての変位をショックレイ部分転位で賄うことが可能である。予ひずみが大きくなるにつれてショックレイ部分転位では全てを賄うことができなくなり、過剰な変位を完全転位の導入により賄うこ

ととなる。

鉄系形状記憶合金では、ショックレイ部分転位の導入に伴う fcc→hcp 変態が発生する。fcc→hcp 変態の変化を図 1.4 に示す。この図は変態前後の原子の動きを fcc の  $\langle 101 \rangle$  方向から見たものである。ここで●は紙面上にある原子、○はその上隣の原子を示す。本合金に応力を加えて変形させると、fcc 構造を取る  $\gamma$  オーステナイト相の  $\{111\}$  面が、2層ずつ fcc の  $\langle 121 \rangle$  方向に  $a/6$  ( $a$  は格子定数) だけ順次ずれて、hcp 構造を取る  $\epsilon$  マルテンサイト相へと変態する。即ち、fcc の  $(111)$  面に、1 原子面置きで  $(a/6)\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$  ショックレイ部分転位が走り、fcc→hcp 変態が生じる。これを応力誘起マルテンサイト変態と称する。 $\gamma$  相の  $(111)$  面と  $\epsilon$  相の  $(0001)$  面は、どちらも最密構造となり、同じ原子配列を持つ。

$\gamma$  相と部分転位によって形成された  $\epsilon$  相は完全転位を含まず、変態前後で原子の隣接関係は維持される。 $\epsilon$  相は、 $\gamma$  相が安定となる温度まで加熱することで、 $\gamma$  相へと逆変態させることが可能であり、 $\gamma$  相から  $\epsilon$  相が生成された経路をまったく逆に辿る形で逆変態が発現すれば、部分転位は消滅し形状が復元することとなる。逆変態の方向は部分転位の周囲に残る微視的な弾性ひずみによって規定されると考えられている<sup>14)</sup>。これが鉄系形状記憶合金の形状回復機構である。

いま  $\gamma$  相の原子構造の中に、図 1.6 の左図で図示するような太線で囲んだ平行四辺形を想定し、変態後の  $\epsilon$  相での形状と比較を行う。 $\gamma$  相の直線 OA は  $\epsilon$  相では OB となり、幾何学的には約 23% の伸びが見られる。言い換えると、単結晶の本合金に理想的な方位から変形を付加すると、23% までの変形は全て fcc→hcp 相変態で賄えることになる。

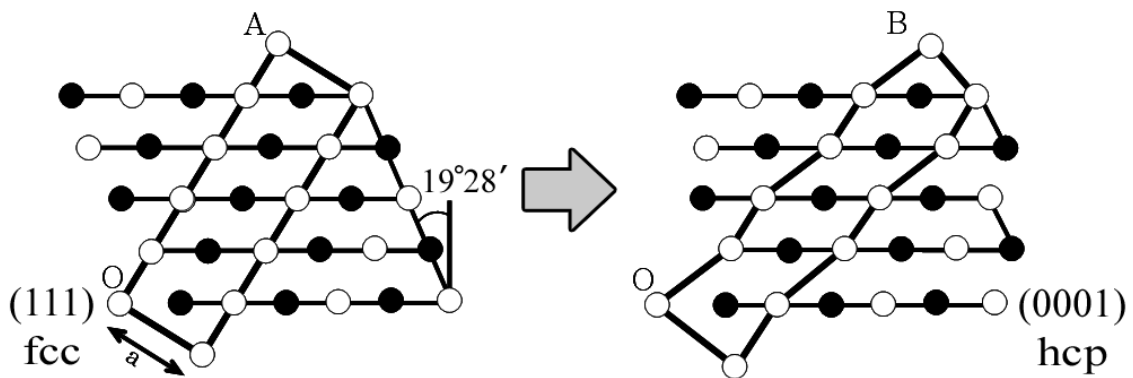


図 1.6 fcc→hcp 相変態の前後における原子配列の変化<sup>15)</sup>

## 1. 2. 2 自由エネルギーと相変態

鉄系形状記憶合金は $\gamma$  オーステナイト相から $\varepsilon$  マルテンサイト相への応力誘起マルテンサイト変態とその逆変態により形状回復が発現する。本合金における自由エネルギーに着目した相変態の概念<sup>1)</sup>を図 1.7 に示す。

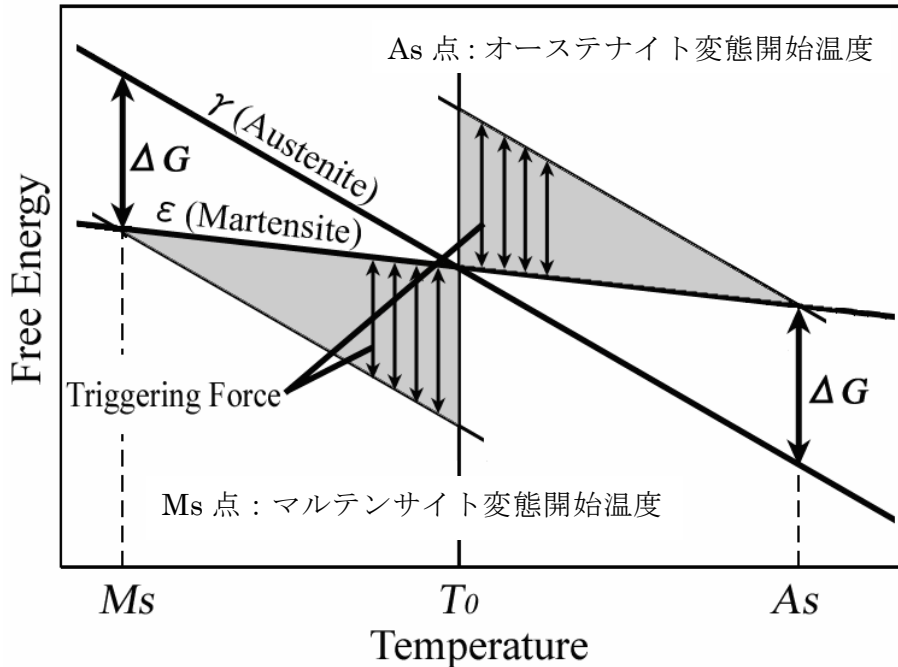


図 1.7 鉄系形状記憶合金の相変態の概念図<sup>1)</sup>

$T_0$  は  $\varepsilon$  相と  $\gamma$  相の両相の化学的自由エネルギーが等しくなる温度である。 $T > T_0$  で  $\gamma$  相が安定となり  $T < T_0$  で  $\varepsilon$  相が安定となる。 $M_s < T < T_0$  の温度領域では  $\varepsilon$  相の安定領域であるが、変態に必要な駆動力と等しい自由エネルギー差  $\Delta G$  が不足するため実際には  $\gamma$  相が準安定で存在する。しかし、 $M_s < T < T_0$  の温度域では、図 1.5 の灰色部で示す駆動力  $\Delta G$  に足りない自由エネルギー差を外力によって補うことにより  $\varepsilon$  相へと変態する。これが応力誘起マルテンサイト変態である。形状回復挙動は  $T > A_s$  の加熱により、 $\varepsilon$  相が母相  $\gamma$  へと逆変態することで発現する。今回用いた供試材 Fe-28%Mn-6%Si-5%Cr の  $M_s$  点は  $-23 \sim 30^\circ\text{C}$ 、オーステナイト変態終了温度  $A_f$  点は  $127 \sim 182^\circ\text{C}$  である。

### 1. 2. 3 物理的特性および機械的特性

表 1.3 に Fe-28Mn-6Si-5Cr 合金の一般的な物理的特性及び機械的特性<sup>10)、16)、17)</sup>を示す。本合金は機械的特性がオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に類似する点が特徴である。

同合金の強度は引張強さ TS が 680MPa 以上であり、構造用部材への適用には問題ない。伸び T-E1 は 16~30%であり、通常の鉄鋼材料と同等の加工性を持つ。溶接性に関しては TIG 溶接が可能である。

表 1.3 Fe-28Mn-6Si-5Cr 合金の物理的特性及び機械的特性<sup>10)、16)、17)</sup>

| 項目             |               | 単位                | 特性値                        |        |
|----------------|---------------|-------------------|----------------------------|--------|
| 物理的<br>特性      | 密度 (25℃)      | g/cm <sup>3</sup> | 7.2~7.5                    |        |
|                | 融点            | ℃                 | 1320~1350                  |        |
|                | 比熱            | kJ/kg・K           | 0.54                       |        |
|                | 熱膨張係数 (~500℃) |                   | (16~20) × 10 <sup>-6</sup> |        |
|                | 熱伝導率          | Cal/cm・deg. sec   | 0.02 (8.37 [W/m・K])        |        |
|                | 比抵抗           | Ω・cm              | 100~130 × 10 <sup>-6</sup> |        |
|                | 縦弾性係数         | GPa               | 169.2                      |        |
|                | 横弾性係数         | GPa               | 65.0                       |        |
|                | ポアソン比         | 25℃               |                            | 0.359  |
|                |               | 350℃              |                            | 0.363  |
|                | 変態温度          | M <sub>s</sub>    | ℃                          | -20~25 |
| A <sub>f</sub> |               | ℃                 | 130~185                    |        |
| 磁気性            |               |                   | 常磁性                        |        |
| 機械的<br>特性      | 引張強さ          | MPa               | 680~1000                   |        |
|                | 降伏強度          | MPa               | 200~300                    |        |
|                | 伸び            | %                 | 16~30                      |        |
|                | 耐力            | MPa               | 200~300                    |        |
|                | ビッカース硬さ       |                   | 190~220                    |        |
|                | 加工性           |                   | SUS304 並                   |        |
|                | 溶接性           |                   | 可能 (TIG 溶接)                |        |
| 形状<br>記憶<br>特性 | 形状回復方向        |                   | 一方向性                       |        |
|                | 形状回復ひずみ       | %                 | 最大 4%                      |        |
|                | 形状回復応力        | MPa               | 147~200                    |        |

### 1. 2. 4 形状回復特性

近年行われた、多結晶の Fe-28Mn-6Si-5Cr (mass%) 合金の形状回復特性についての研究は、主として以下のことが挙げられる。

- ・ 単軸引張・圧縮による予ひずみ付与と形状回復特性
- ・ トレーニングの評価
- ・ 形状回復処理温度
- ・ ひずみ履歴を有する予ひずみ付与と形状回復特性
- ・ 曲げ変形による予ひずみ付与と形状回復特性
- ・ 応力下での形状回復処理
- ・ 押拵加工が形状回復特性に及ぼす影響

また、実用化に向けて形状記憶継手、形状記憶ねじ継手、クレーンレール用継目板などが研究されている。

ここでは、過去に行われた Fe-Mn-Si 系形状記憶合金の一般的な形状回復特性について説明する。

#### (1) 単軸引張による予ひずみ付与と形状回復特性

試験片に単軸応力による予ひずみ付与後、形状回復処理を施して予ひずみを回復させた時の、応力-ひずみ曲線及び温度-ひずみ曲線を図 1.8 に示す。

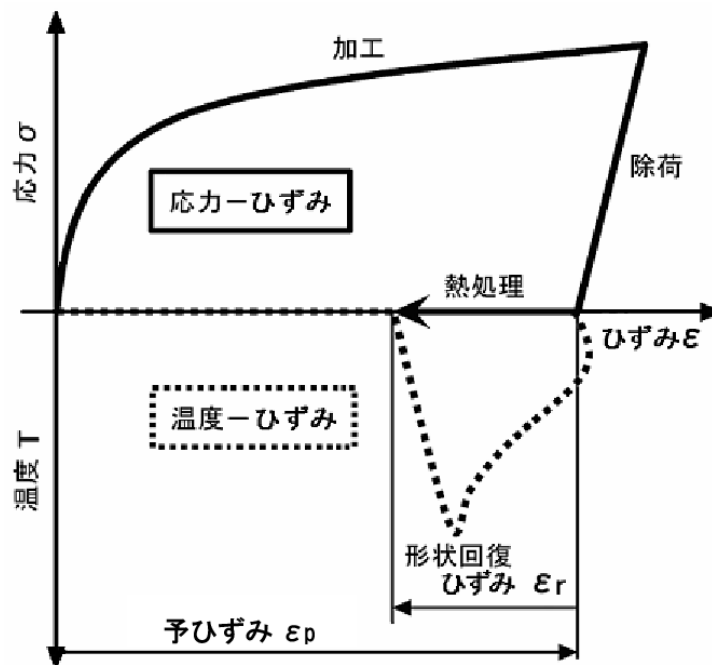


図 1.8 予ひずみ付与工程と形状回復処理を 1 サイクル施したときの  
応力-温度および応力-ひずみ線図

試験片をある程度変形させた後に応力を除荷すると、試験片には残留ひずみ(加工ひずみ)である予ひずみ  $\varepsilon_p$  が与えられる。その後、形状回復処理として一定の温度まで加熱する際、最初は熱膨張によりひずみは増加するが、温度が高くなるにつれて形状回復挙動が発現しひずみは減少していく。その後の冷却で熱収縮分だけさらにひずみは減少し、最終的に形状回復ひずみ  $\varepsilon_r$  を得る。

予ひずみ付与前の標点距離を  $L_1$ 、予ひずみ付与後の標点距離を  $L_2$  とし、予ひずみ  $\varepsilon_p$  を以下の式で表す。

$$\varepsilon_p = \ln(L_2/L_1) \quad (1.1)$$

形状回復処理後の平行部標点距離を  $L_3$  とし、形状回復ひずみ  $\varepsilon_r$  を以下の式で表す。

$$\varepsilon_r = \ln(L_3/L_2) \quad (1.2)$$

## (2) トレーニング効果

予ひずみ付与工程と形状回復処理工程を数サイクル施すことで、形状回復特性が向上することが知られている<sup>18)</sup>。これをトレーニング効果と称し、1サイクル目の予ひずみ付与と形状回復処理工程をトレーニング処理とする。図 1.9 には形状回復処理の加熱温度および保持時間の影響<sup>15)</sup>について、図 1.10 にはトレーニング回数と加熱温度の影響<sup>15)</sup>について示す。形状回復率は以下の式で定義される。

$$\eta = -(\varepsilon_r/\varepsilon_p) \times 100 \quad [\%] \quad (1.3)$$

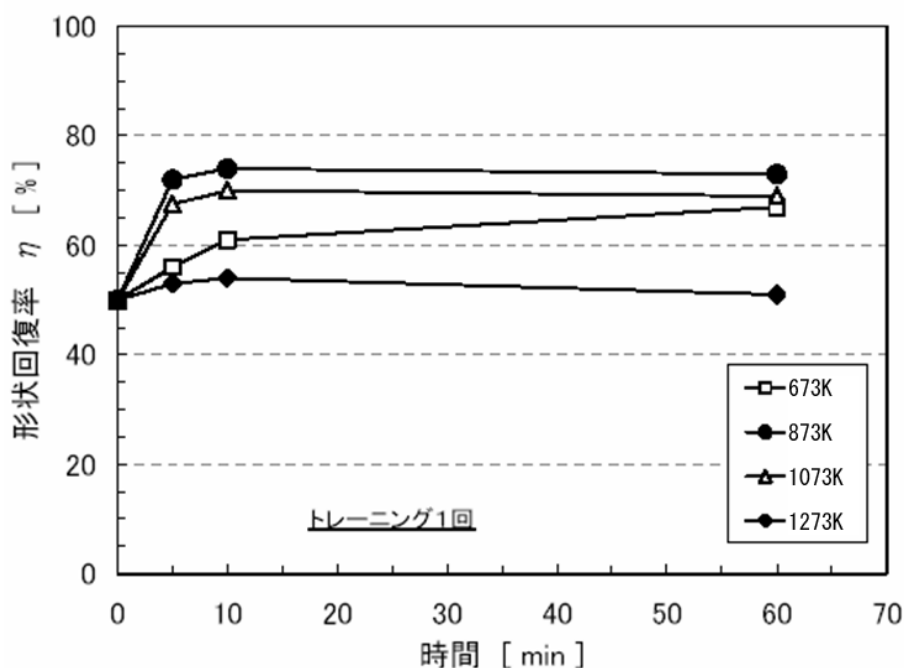


図 1.9 形状記憶処理の加熱温度及び保定時間が形状回復率に及ぼす影響<sup>15)</sup>

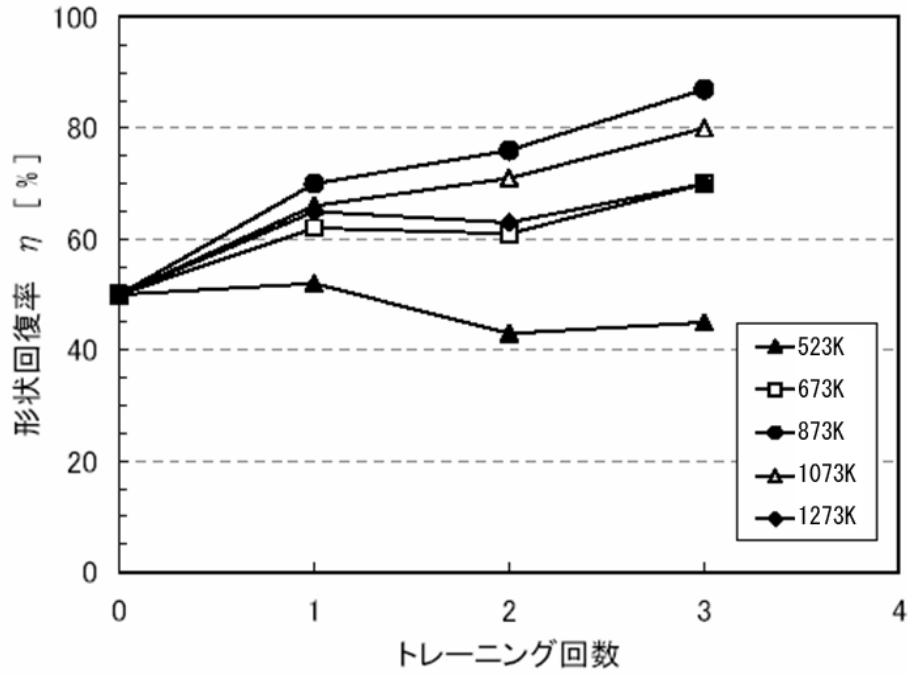


図 1.10 トレーニング回数とトレーニング処理の加熱温度が形状回復率に及ぼす影響<sup>15)</sup>

### (3) 単軸引張・圧縮による予ひずみ付与と形状回復特性

単軸応力による引張・圧縮による予ひずみ付与とその形状回復特性の関係を図 1.11、図 1.12 に示す。

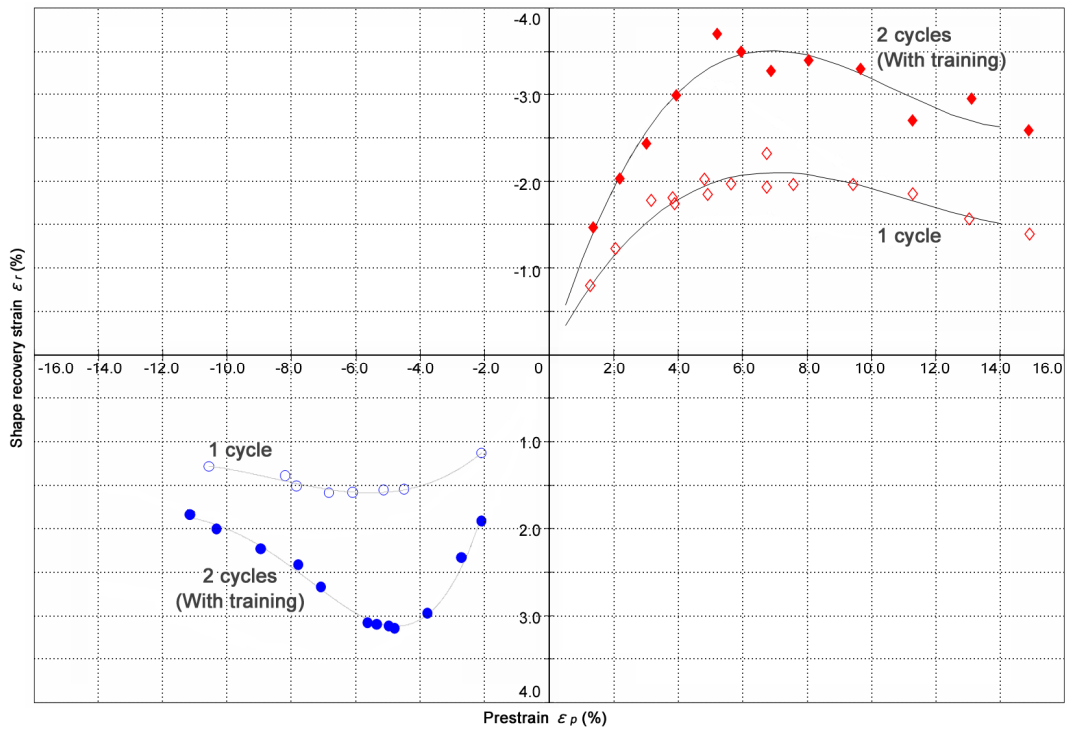


図 1.11 単軸応力による予ひずみ付与と形状回復ひずみ

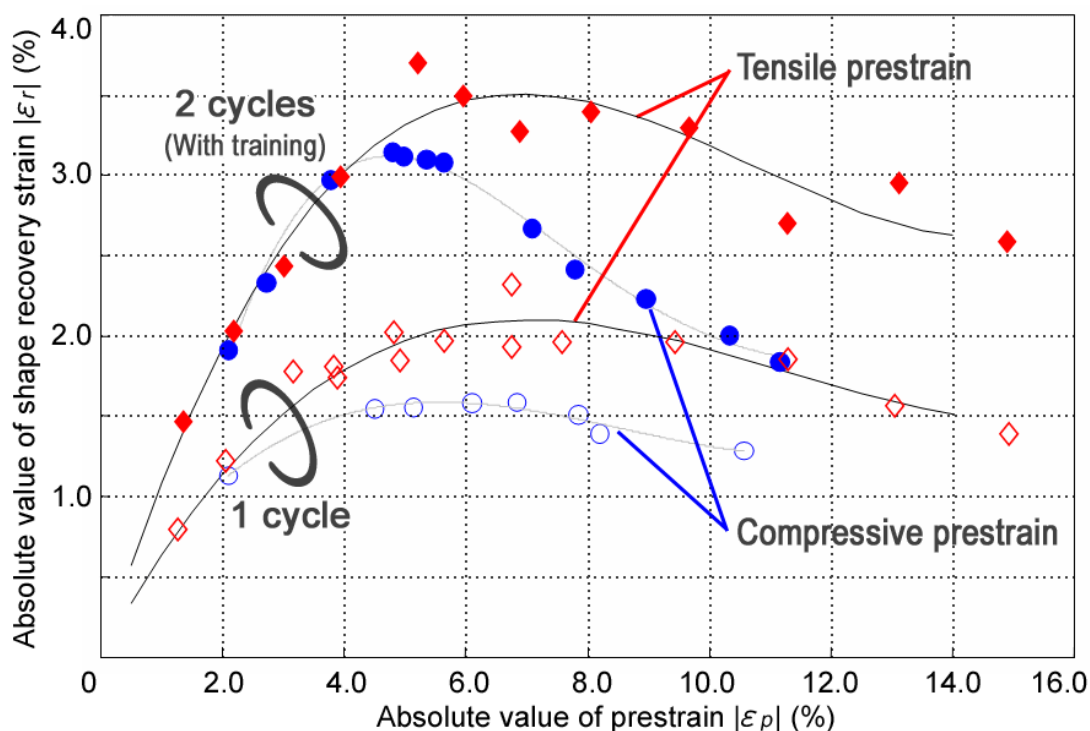


図 1.12 引張と圧縮の予ひずみに対する形状回復ひずみの比較

続いて数値解析のために単軸予ひずみに対する形状回復特性のモデル化を行う。モデル化には単軸引張予ひずみに対する形状回復特性の結果を用いた。図 1.10 に示す単軸引張予ひずみと形状回復ひずみの関係を回帰分析により 3 次式で定式化を行い、以下の 2 式を得る。

$$\varepsilon_{r,0} = -(21.850\varepsilon_p^3 - 7.328\varepsilon_p^2 + 0.706\varepsilon_p) \quad (1.4)$$

$$\varepsilon_{r,01} = -(39.953\varepsilon_p^3 - 12.869\varepsilon_p^2 + 1.206\varepsilon_p) \quad (1.5)$$

但し、 $\varepsilon_{r,0}$  は予ひずみ付与と形状回復処理を 1 サイクル施したときの形状回復ひずみ、 $\varepsilon_{r,01}$  はこれを 2 サイクル施したとき、即ちトレーニング処理を施したときの形状回復ひずみを示す。これらモデル式は、数値解析による形状回復特性の予測を行う際、数値解析内に材料特性として入力する。



### 1. 3 研究の目的

鉄系形状記憶合金は、一方向性の形状記憶効果を持ち、形状回復ひずみは最大で4%程度であること、Ti-Ni系と比べ比較的安価であり加工性が良好であることから、大型の構造用部材への適用が期待され、さまざまな研究が行われてきた。これら構造用部材への適用においては、形状回復特性の把握を経験的な調査に依存することが大きく、鉄系形状記憶合金の応用に当たっては、その設計に必要な形状回復特性の解明は十分ではなかった。しかしながら、近年の研究により単軸引張・圧縮による予ひずみ付与と形状回復特性、トレーニングの評価、形状回復処理温度、ひずみ履歴を有する予ひずみ付与と形状回復特性、曲げ変形による予ひずみ付与と形状回復特性等が解明されてきた。

鉄系形状記憶合金を管継手に適用する際、予ひずみ付与工程として拡径を行い、形状回復処理を施すことで鋼管と鋼管を締結する。この予ひずみ付与工程では、主に押拡げ加工法が用いられる。図1.13に、押拡げが施される際に試験片に作用する応力を、図1.14に管継手を締結する時の流れを示す。

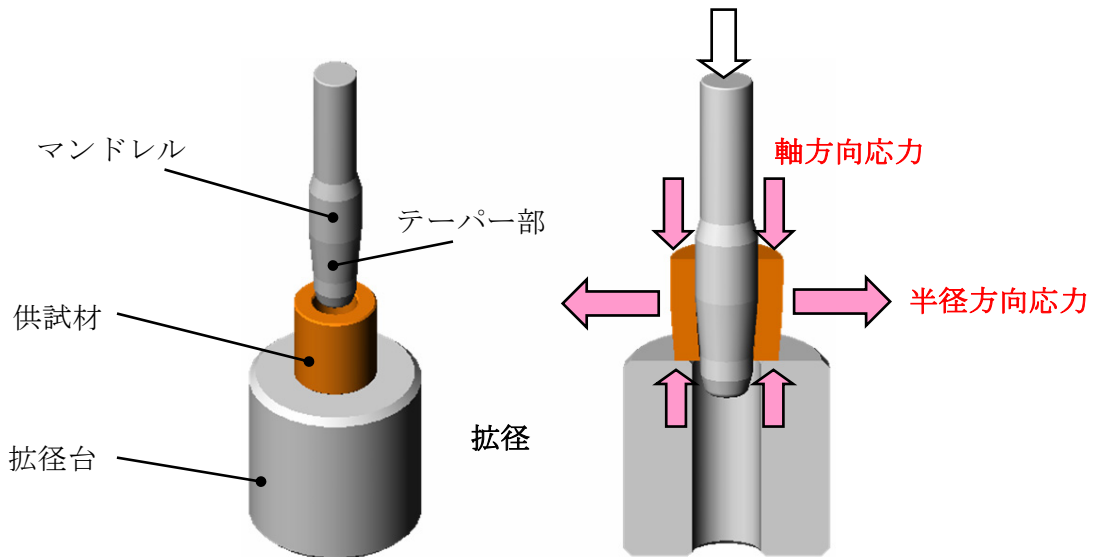


図 1.13 押拡げ加工時に供試材に働く応力方向

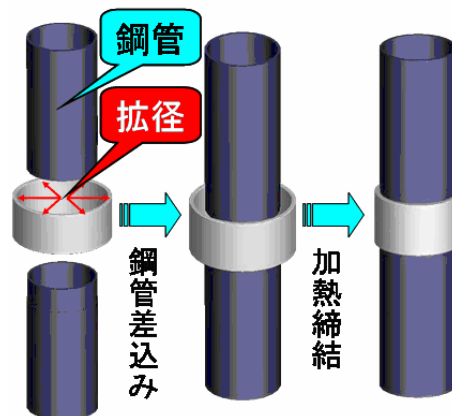


図 1.14 管継手締結の流れ

図 1.13 より、予ひずみ付与を施した継手には、マンドレルテーパー部による周方向の力およびマンドレルの摩擦による軸方向の力による、二軸応力状態となっていることが分かる。周方向応力のみで予ひずみを付与したとすると、図 1.14 のように継手締結後には、単軸引張にて予ひずみ付与した時の形状回復特性と同等の形状回復挙動が発現するはずである。しかしながら、実際は二軸応力によって予ひずみが付与されているため、形状回復特性は単軸引張による予ひずみ付与よりも劣ってしまう。

これまでの研究では、単軸引張及び等二軸引張による予ひずみ付与とその時の形状回復特性については報告がある<sup>19)</sup>。この時に与えられた長手方向および板幅方向の予ひずみ比( $\varepsilon_{pW}/\varepsilon_{pL}$ )は-0.50 および 0.44~1.09 であり、単軸引張応力から等二軸引張までの遷移領域は試験が行われていない。図 1.15 に単軸引張および液圧バルジ張出し成形による予ひずみ付与と形状回復特性を示す。

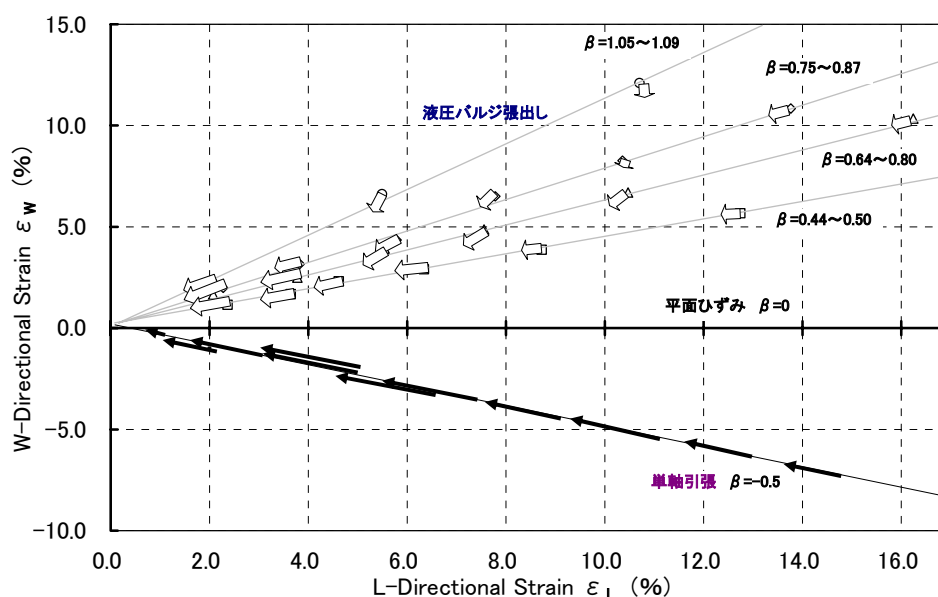


図 1.15 球頭ポンチおよび液圧バルジ張出し成形による予ひずみ付与と形状回復<sup>19)</sup>

矢印の始点は予ひずみ分布、矢印の終点は形状回復後のひずみ分布を示し、矢印の大きさと向きは、形状回復量と形状回復方向を示している。

液圧バルジ張出し加工では、ダイス形状の楕円率  $k$  を 0~0.5、液圧を 2~16MPa に変えることで、平面応力による予ひずみ付与を施したものである。

また、構造用部材に適用する際には、その形状回復応力の把握も重要となる。図 1.14 において、継手締結後の継手強度はこの形状回復応力と関係性がある。しかしながら、形状記憶合金管継手などの構造用部材への適用に際し、形状回復応力特性を詳しく解明した研究は少ない。

これまでも、形状記憶管継手やゆるみ止めナットとして用いられる形状記憶ねじ継手で

は、本合金における押広げ加工方法や締結方法の改善などが検討された<sup>10)、11)、12)</sup>。図 1.16、図 1.17 に形状記憶合金管継手および形状記憶ねじ継手を示す。これら締結部材の更なる機能を向上させるためには締結力だけではなく、その元となる形状回復応力を明確に示す必要がある。



図 1.16 鉄系形状記憶合金管継手



図 1.17 ゆるみ止めナット

本論では、鉄系形状記憶合金の更なる形状回復特性を調査するべく、『二軸応力による予ひずみ付与と形状回復特性』および『単軸引張応力による予ひずみ付与と形状回復応力特性』と題し、この2題について論ずる。

## 2. 二軸応力による予ひずみ付与と形状回復特性

### 2. 1 緒言

鉄系形状記憶合金の予ひずみ付与工程では、様々な加工方法が考えられる。張出し成形を用いると張出し部が等二軸引張状態に、引抜き加工や押拵加工を用いると加工部は軸力と周方向応力が作用する二軸応力状態になるように、加工の形態によっては必ずしも単軸応力による予ひずみ付与が施せるとは限らない。この他にも鍛造や圧延など、加工部の応力場が二軸または多軸応力となる加工法が少なくないため、単軸応力による予ひずみ付与に対する形状回復特性の把握だけではなく、二軸以上の応力による予ひずみ付与に対する形状回復特性の把握も重要となる。

本実験では、二軸引張変形および単純せん断、さらに単軸引張から等二軸引張への遷移領域における変形を取り上げ、これらに対する形状回復特性を調査した。二軸応力による変形として、球頭ポンチ張出し加工とマルシニアク法による張出し加工を行った。また、単純せん断変形においてはねじり加工を行い、その時の形状回復特性を調査した。

### 2. 2 実験方法

供試材には Fe-28Mn-6Si-5Cr (mass%) 合金を用いた。

供試材①は、1150℃で板厚 0.8mm の薄板へと圧延し、圧延方向を LD、板幅方向を TD と定めた。

供試材②は、鍛造より φ30mm の中実丸棒を整形した。

供試材の基本的特性を表 2.1 に示す。

表 2.1 Fe-28Mn-6Si-5Cr 合金の機械的特性<sup>10)</sup>

|                | LD      | TD   |
|----------------|---------|------|
| 0.2%耐力 (MPa)   | 271     | 267  |
| 引張強さ (MPa)     | 815     | 811  |
| 最大ひずみ (%)      | 38.6    | 37.9 |
| ε 相変態開始温度 (°C) | -20~25  |      |
| γ 相変態開始温度 (°C) | 130~185 |      |

#### 2. 2. 1 球頭ポンチ張出し成形による予ひずみ付与と形状回復処理

単軸引張加工から等二軸引張加工までの遷移領域で予ひずみを与えるために、試験片の板幅を変えて球頭ポンチ張出し成形(以下、ポンチ張出し成形)を行い、その形状回復特性を調査した。試験片の板幅を変化させることで幅方向の変形に対して拘束を持たせることができ、拘束により単軸引張の幅方向にも応力が作用する状態となる。板幅が十分に小さい時、試験片中央部は単軸引張状態に限りなく近くなる一方、板幅を増加させると徐々に板幅方向の拘

束が現れ、試験片端部が全てチャックされると長手方向と板幅方向とで同一の引張応力が作用し、試験片中央部は等二軸引張状態となる。しかしながら、試験片中央部はポンチ圧により板厚方向にも応力が作用し三軸応力状態となる。これを避けるために、標点距離測定箇所 (GL) はポンチ圧が作用しない箇所 (図 2.1) とした。

まず、供試材①からシャーリング加工により、長さ  $L$  が 200mm、板厚  $t$  が 0.8mm、板幅  $W$  を 20~180mm まで 10mm 刻みで球頭ポンチ張出し試験片 (以下、ポンチ張出し試験片) を作成した。試験片の長手方向を圧延方向 LD とした。

ポンチ頭頂部より 40mm の位置に標点距離 GL を 2 点設定した。板幅  $W=20\sim90$ mm の試験片表面には、 $\phi 5$ mm のスクライブドサークルを電食にて施し、板幅  $W=90$ mm 以上のものは長手方向および板幅方向共に 10mm 間隔で  $\phi 0.2$ mm 程度のポンチ痕を付け、これを GL とした。試験片枚数は各試験水準につき 1 とした。

試験片作成後、予ひずみ付与工程として、 $\phi 100$ mm の球頭ポンチを用いて張出し成形を施した。ポンチと試験片の間の潤滑にはテフロンシートを用いた。また、予ひずみの量を変化させるために、ポンチストロークを 25、30、40mm とした。ダイ肩部  $R_d$  は 10mm である。ポンチ成形の前後に 2 点の GL を測定し、測定値を平均して予ひずみ  $\varepsilon_p$  を求めた。GL の測定には 3 次元の寸法測定が可能な測定用光学顕微鏡を用いた。

変形前の GL が  $L_1$ 、変形後の GL が  $L_2$  のとき、予ひずみの LD 成分  $\varepsilon_{pL}$  と WD 成分  $\varepsilon_{pW}$  を以下の式で定義する。

・ LD 成分の予ひずみ  $\varepsilon_{pL}$

$$\varepsilon_{pL} = \ln(L_{2L}/L_{1L}) \quad (2.1)$$

・ WD 成分の予ひずみ  $\varepsilon_{pW}$

$$\varepsilon_{pW} = \ln(L_{2W}/L_{1W}) \quad (2.2)$$

試験条件および予ひずみの LD 成分を表 2.2 に、ポンチ張出し試験機の概要を図 2.1 に、ポンチ張出し成形後の試験片を図 2.2 に示す。

ポンチ張出し成形に続き、形状回復処理として 360°C で 15 分間の加熱と空冷を施した。形状回復後に、再び 2 点の GL を測定し、測定値を平均して形状回復ひずみ  $\varepsilon_r$  を求めた。形状回復処理後の標点距離が  $L_3$  のとき、形状回復ひずみの LD 成分  $\varepsilon_{rL}$  と WD 成分  $\varepsilon_{rW}$  を以下の式で定義する。

・ LD 成分の形状回復ひずみ  $\varepsilon_{rL}$

$$\varepsilon_{rL} = \ln(L_{3L}/L_{2L}) \quad (2.3)$$

・WD 成分の形状回復ひずみ  $\varepsilon_{rW}$

$$\varepsilon_{rW} = \ln(L_{3W}/L_{2W}) \quad (2.4)$$

表 2.2 球頭ポンチ張出し成形条件

| 板幅 W(mm) | ポンチストローク (mm) / LD 成分予ひずみ (%) |          |           |
|----------|-------------------------------|----------|-----------|
| 20       | 25 / 6.9                      | —        | —         |
| 30       | 25 / 6.8                      | —        | —         |
| 40       | 25 / 6.5                      | —        | —         |
| 50       | 25 / 7.2                      | —        | —         |
| 60       | 25 / 6.1                      | —        | —         |
| 70       | 25 / 5.3                      | —        | —         |
| 80       | 25 / 9.1                      | —        | —         |
| 90       | 25 / 7.5                      | —        | —         |
| 100      | 25 / 4.6                      | 30 / 9.7 | —         |
| 110      | 25 / 4.0                      | 30 / 8.0 | —         |
| 120      | 25 / 4.2                      | 30 / 8.6 | —         |
| 130      | 25 / 4.6                      | 30 / 8.5 | —         |
| 140      | 25 / 4.8                      | —        | 40 / 16.5 |
| 150      | 25 / 5.0                      | —        | 40 / 16.0 |
| 160      | 25 / 5.4                      | —        | 40 / 15.5 |
| 170      | 25 / 5.3                      | —        | 40 / 15.4 |
| 180      | —                             | —        | 40 / 15.4 |

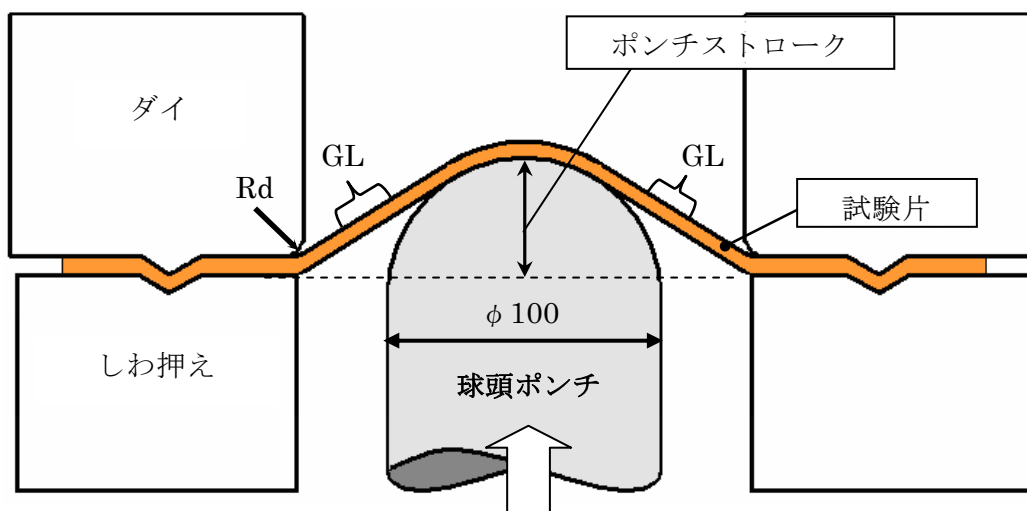


図 2.1 球頭ポンチ張出し試験機の概要

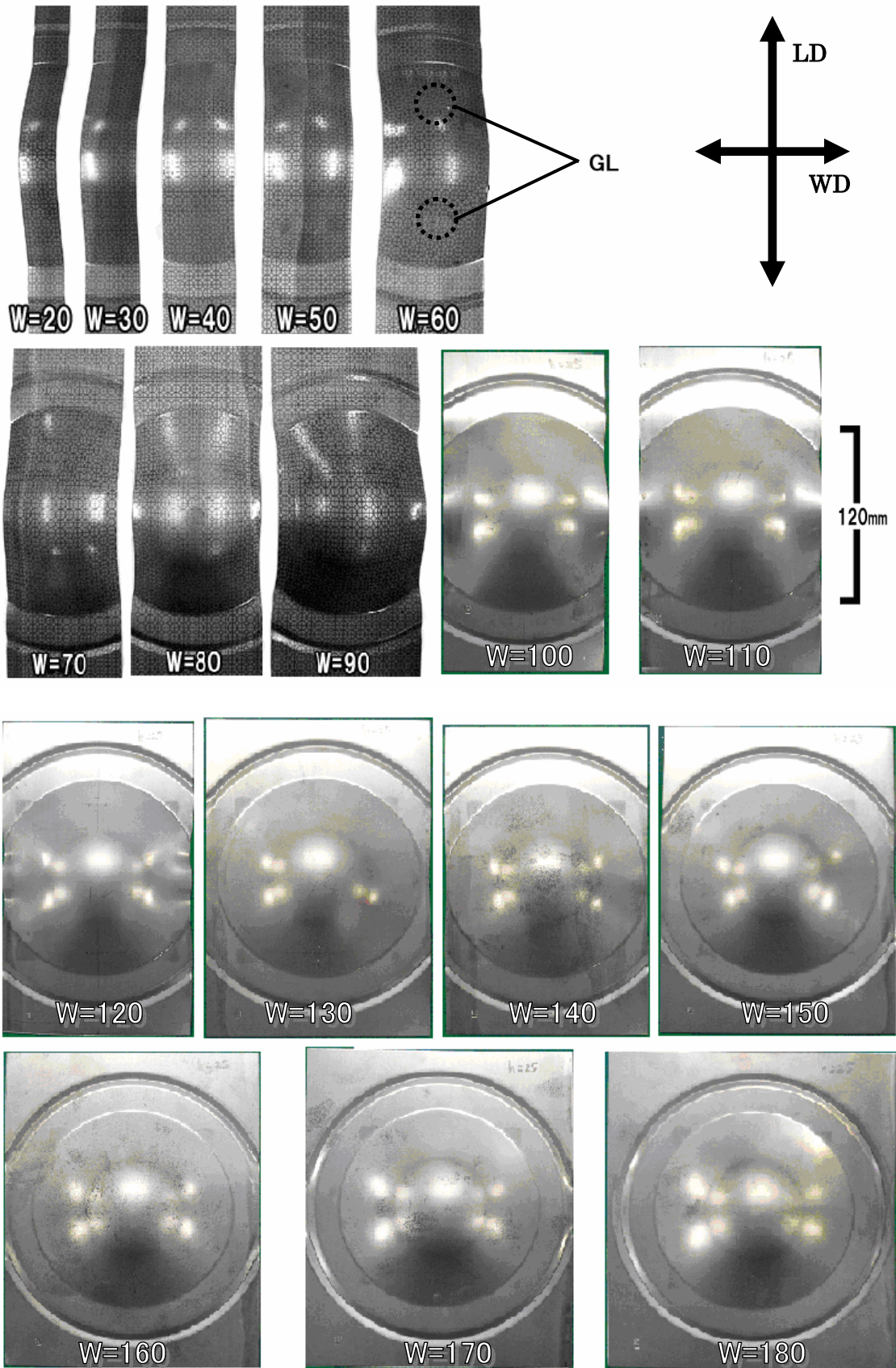


図 2.2 球頭パンチ張出し成形後の試験片



## 2. 2. 2 マルシニアック法による張出し成形による予ひずみ付与と形状回復処理

球頭ポンチ張出し成形で得られた予ひずみ分布は、単軸引張に近い値でしかなかった。そこで、ポンチ成形と同様に試験片の板幅を変えて、面外張出し加工であるマルシニアック法による張出し成形<sup>20)</sup>(以下、マルシニアック張出し)を行い、その形状回復特性を調査した。マルシニアック張出し成形は、ポンチと試験片の間に補助板として中央部にφ30mmの穴を空けたSSPDX製の板、厚さ $t_s$ が1mm、板幅200×200mmを挟むことにより、GLはポンチ圧を受けないために、平面応力状態による塑性加工を実現できる。ポンチ肩部 $R_p$ 及びダイ肩部 $R_d$ は共に5mmである。

まず、シャーリング加工により、長さ $L$ が200mm、板厚 $t$ が0.8mm、幅 $W$ が50mmから200mmまでの試験片(以下、マルシニアック張出し試験片)を供試材より製作した。試験片の中央部表面に長手方向および幅方向共に10mm間隔でφ0.2mm程度のポンチ痕をつけ、これを標点間距離(GL)とした。球頭ポンチ張出し成形同様に、試験片の長手方向を供試材の圧延方向に合わせた。試験片数は各試験条件につき1である。

試験片作成後、予ひずみ付与工程として、φ100mmのポンチを用いて張出し成形を施した。ポンチストロークは5、7、10、12、16mmとした。ポンチと試験片の間の潤滑にはテフロンシートを用いた。張出し成形の前後に2点のGLを測定し、予ひずみのLD成分 $\varepsilon_{pL}$ とWD成分 $\varepsilon_{pW}$ を求めた。表2.3に試験条件および成形後のLD成分予ひずみを、図2.3-5にマルシニアック張出し試験機の概要図と成形後の試験片を示す。

表 2.3 マルシニアック法による張出し成形の試験条件

| 板幅 W(mm) | ポンチストローク (mm) / LD 成分の予ひずみ (%) |       |        |         |         |         |
|----------|--------------------------------|-------|--------|---------|---------|---------|
| 50       | —                              | 7/0.9 | 10/2.8 | —       | —       | —       |
| 80       | 5/1.0                          | 7/1.4 | 10/4.3 | 12/11.5 | 16/14.4 | —       |
| 90       | 5/1.7                          | 7/2.7 | 10/4.9 | —       | —       | —       |
| 105      | 5/0.9                          | 7/2.3 | 10/5.1 | —       | —       | —       |
| 110      | 5/1.3                          | 7/2.1 | 10/4.3 | 12/7.6  | 16/13.0 | 20/18.8 |
| 115      | 5/1.2                          | 7/1.8 | 10/4.1 | —       | —       | —       |
| 120      | 5/0.7                          | 7/1.6 | 10/3.7 | 12/6.5  | 16/11.4 | 20/17.1 |
| 125      | 5/0.1                          | 7/1.5 | 10/3.7 | —       | —       | —       |
| 130      | 5/0.8                          | 7/1.2 | 10/3.4 | —       | —       | —       |
| 135      | 5/0.6                          | 7/1.0 | 10/2.9 | 12/5.5  | 16/10.1 | 20/15.8 |
| 140      | 5/0.6                          | 7/1.5 | 10/2.8 | —       | —       | —       |
| 145      | 5/0.6                          | 7/1.2 | 10/3.2 | —       | —       | —       |
| 150      | 5/0.7                          | 7/1.5 | 10/3.1 | 12/5.1  | 16/9.3  | 20/15.4 |
| 175      | —                              | —     | —      | 12/4.9  | 16/9.2  | 20/15.2 |
| 200      | —                              | 7/1.3 | 10/3.0 | 12/4.8  | 16/9.1  | 20/14.9 |



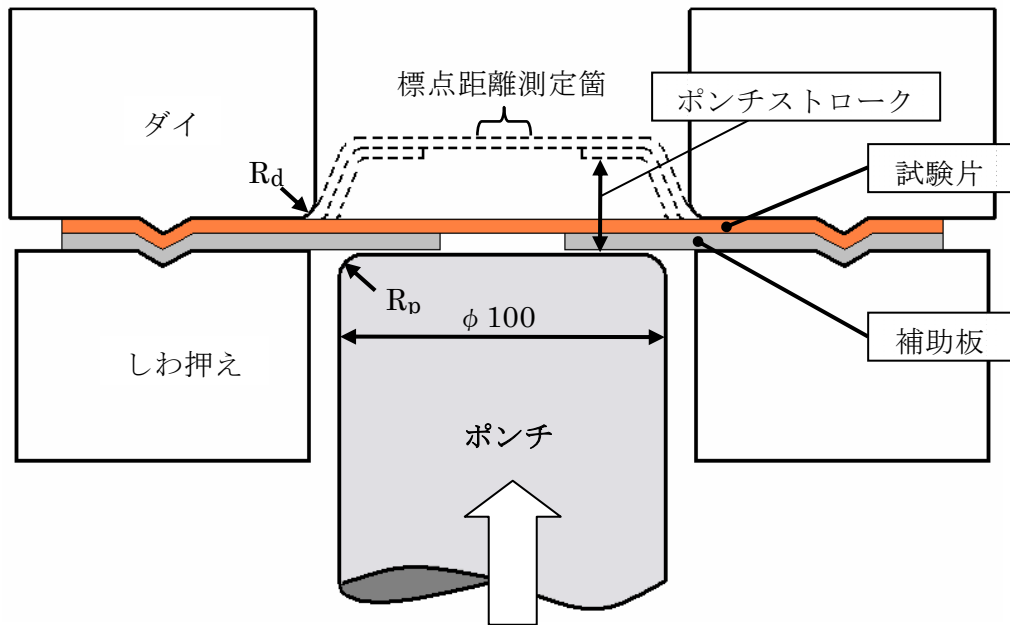


図 2.3 マルシニアック法張出し試験機の概要



W=50 ポンチストローク 10mm

図 2.4 成形後試験片断面図

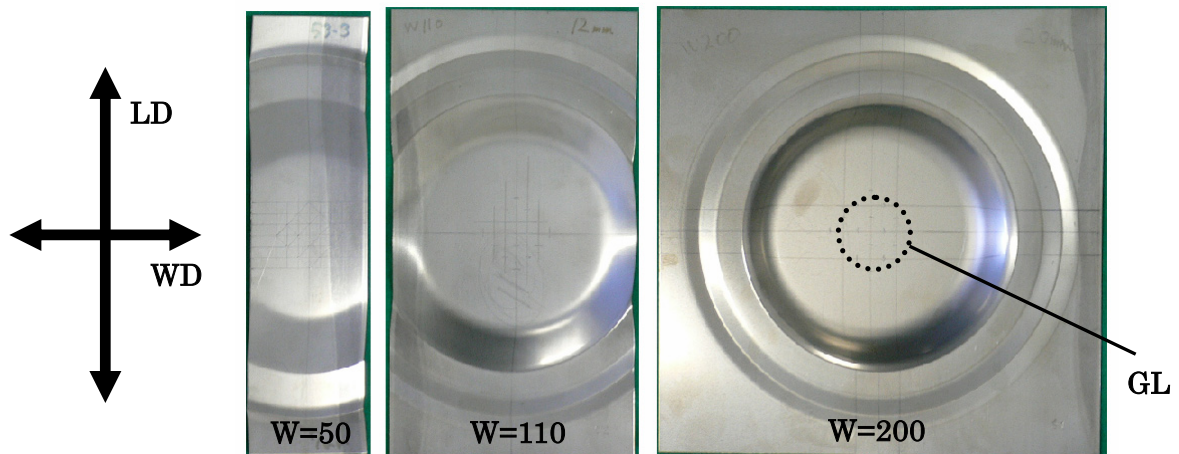


図 2.5 マルシニアック張出し成形後の試験片写真

マルシニアック張出し成形に続き、形状回復処理として  $360^{\circ}\text{C}$  で 15 分間の加熱と空冷を施した。この直後に、再び 2 点の GL を測定し、測定値を平均して後形状回復ひずみ  $\varepsilon_{rL}$  および  $\varepsilon_{rW}$  を求めた。

### 2. 2. 3 ねじり変形による予ひずみ付与と形状回復処理

球頭ポンチ張出し及びマルシニアク法による張出し成形は、単軸引張から等二軸引張りまでの遷移領域に予ひずみを施すことを目的とした。ここでは、単純せん断(予ひずみ比-1)による予ひずみ付与と形状回復特性を明らかにするために、ねじり変形を施しその形状回復特性について調査した。

まず、供試材②から切削加工により、外径  $D_{g1}$  が 16mm、内径  $D_{g2}$  が 14mm、平行部  $h_g$  が 35mm の中空丸棒及び、外径  $D_{a1}$  が 16mm、内径  $D_{a2}$  が 14mm、平行部  $h_a$  が 150mm の中空丸棒を作成した。これらをひずみゲージ貼付用試験片(図 2.6)、ねじり角測定用試験片(図 2.7)とする。鉄系形状記憶合金は予ひずみの大きさにより形状回復ひずみが異なるため、試験片外周部と内周部の予ひずみの大きさが近くなるよう中空の試験片とした。なお、両試験片ともにトレーニングは施していない。

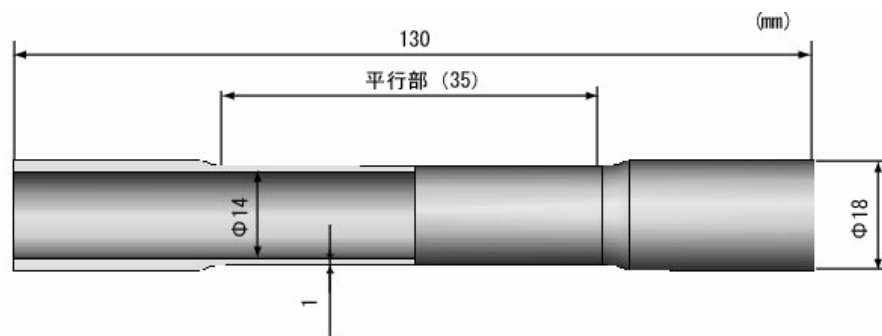


図 2.6 ひずみゲージ貼付用試験片

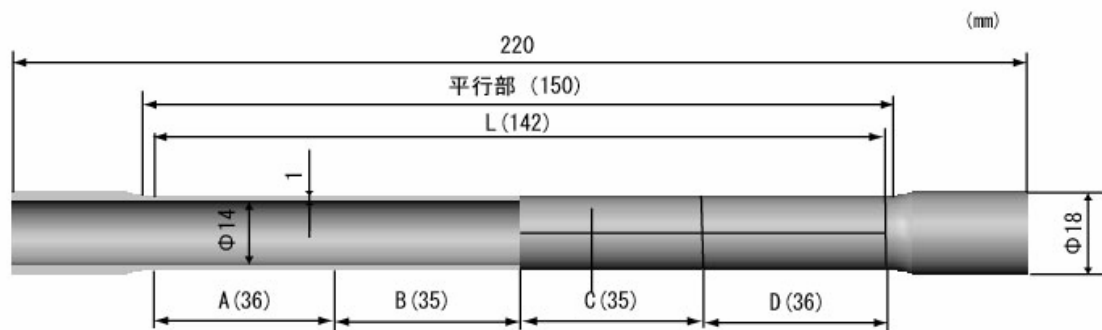


図 2.7 ねじり角測定用試験片

## 1) ひずみゲージにより測定した予ひずみ及び形状回復ひずみ

ひずみゲージ貼付用試験片中央部に、軸方向 45° で高温用ひずみゲージを貼り付け、軸力フリーのねじり試験機にてねじり変形による予ひずみ付与を施した。ねじり変形後、電気炉により形状回復処理として 350°C で 15 分間の加熱と空冷を施した。

予ひずみ付与及び形状回復処理時のひずみゲージ値をデータロガーによって記録した。使用したひずみゲージは共和電業製の高温用箔ひずみゲージで、長さ 5mm、幅 2mm、使用可能温度範囲が -196~350 度、室温におけるひずみ限界が約 2% である。図 2.8 にひずみゲージ貼付後のねじり試験片を示す。



図 2.8 ひずみゲージ貼付後のねじり試験片

## 2) ねじり角測定による予ひずみおよび形状回復ひずみ

ねじり角測定用試験片に軸力フリーのねじり試験機により 2%~12%の予ひずみを与えた。ねじり加工後にねじり角を測定し、(2.5)式を用いて工学せん断予ひずみ  $\gamma_p$  を求めた。続いて、形状回復処理として、電気炉により 380~390°C で 15 分間の加熱と空冷を施した。形状回復処理後に、予ひずみの算出と同様にして工学せん断形状回復ひずみ  $\gamma_r$  を求めた。測定箇所は図 2.7 の L、および A~D の各標点間とした。

$$\gamma \cong \tan \gamma = \frac{D\theta}{2L} \quad (2.5)$$

$\gamma$  : 工学せん断ひずみ       $D$  : 外径  
 $L$  : 評点間距離       $\theta$  : ねじり角

算出した工学せん断ひずみ  $\gamma$  と単軸引張ひずみ  $\varepsilon$  を比較するため、以下の式(2.6)、(2.7)により座標変換した。

$$\begin{aligned} \varepsilon_{XX} &= \varepsilon_{xx} \cos^2 \theta + \varepsilon_{yy} \sin^2 \theta + \gamma \cos \theta \sin \theta \\ \varepsilon_{YY} &= \varepsilon_{xx} \sin^2 \theta + \varepsilon_{yy} \cos^2 \theta - \gamma \cos \theta \sin \theta \end{aligned} \quad (2.6)$$

単純せん断における  $\theta$  は  $45^\circ$  であるため、 $\varepsilon_{XX}$  および  $\varepsilon_{YY}$  は以下の式となる。

$$\varepsilon_{XX} = \frac{\gamma}{2} \quad \varepsilon_{YY} = -\frac{\gamma}{2} \quad (2.7)$$

### 2. 3 実験結果および考察

ポンチ張出し試験片及びマルシニアク張出し試験片は、予ひずみが試験片内で分布を持つため、形状回復ひずみも同様に分布を持つと考えられる。しかしながら、GL 部近傍を切り出して形状回復処理を行った場合と、試験片全体を形状回復処理した場合とでは、測定結果に差が無いとする<sup>19)</sup>。また、比較としてトレーニングを施していない単軸引張及び液圧バルジ張出しに対する形状回復特性を示す。

#### 2. 3. 1 球頭ポンチ張出し成形に対する形状回復特性

図 2.9 に、ポンチ張出し試験片の予ひずみ付与後と形状回復処理後のひずみ分布を示す。横軸はひずみの LD 成分、縦軸は WD 成分であり、予ひずみ付与前のひずみ分布を 0 として、これを原点にする。矢印の始点は予ひずみ付与後のひずみ分布、矢印の終点は形状回復後のひずみ分布、矢印の方向と大きさは、形状回復方向と形状回復ひずみの大きさを表す。比較として、液圧バルジ張出し試験(白抜き矢印)及び単軸引張試験(黒矢印)におけるひずみ分布も示す。液圧バルジ張出しは、楕円形状ダイスの長軸を LD、単軸引張は試験片長手方向が LD である。また、予ひずみ比  $\beta$  を以下の式(2.7)で定義する。

$$\beta = \varepsilon_{pW} / \varepsilon_{pL} \quad (2.7)$$

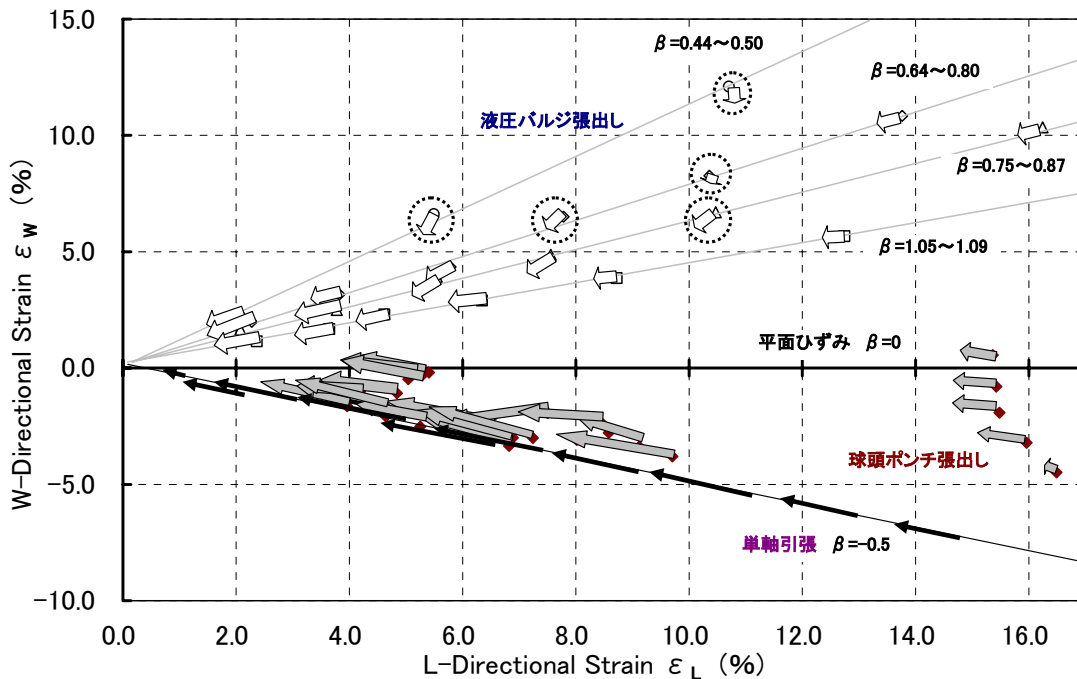


図 2.9 球頭ポンチ張出し成形による予ひずみ付与後と形状回復処理後の L 方向と W 方向のひずみ分布

単軸引張試験では、予ひずみ比  $\beta = -0.5$  となり、予ひずみ付与後のひずみ分布は傾き  $-0.5$  の直線状に現われる。形状回復後のひずみ分布は、これらを原点方向に移動させた点となり、形状回復ひずみは予ひずみと逆方向に発現していることが分かる。

ポンチ張出し試験片では、板幅  $W$  を広げると板幅方向に拘束が現われてくるため、予ひずみ比  $\beta$  が増加し  $\beta = -0.49 \sim 0.04$  までの範囲となった。形状回復方向は単軸引張と同じく原点方向、つまり、予ひずみ方向とは逆方向への回復が現われた。しかしながら、 $\beta$  の増加に伴い形状回復ひずみの絶対値は、単軸引張よりも減少する傾向となった。

ポンチ張出し試験片および比較として液圧バルジ試験片の予ひずみと形状回復ひずみの関係を図 2.10 に示す。横軸は予ひずみの LD 成分  $\varepsilon_{pL}$ 、縦軸は形状回復ひずみの LD 成分  $\varepsilon_{rL}$  である。予ひずみの LD 成分はすべて引張であるため、形状回復ひずみの LD 成分は負のひずみとなる。単軸引張による形状回復特性については、式 (1.4) を用いた。

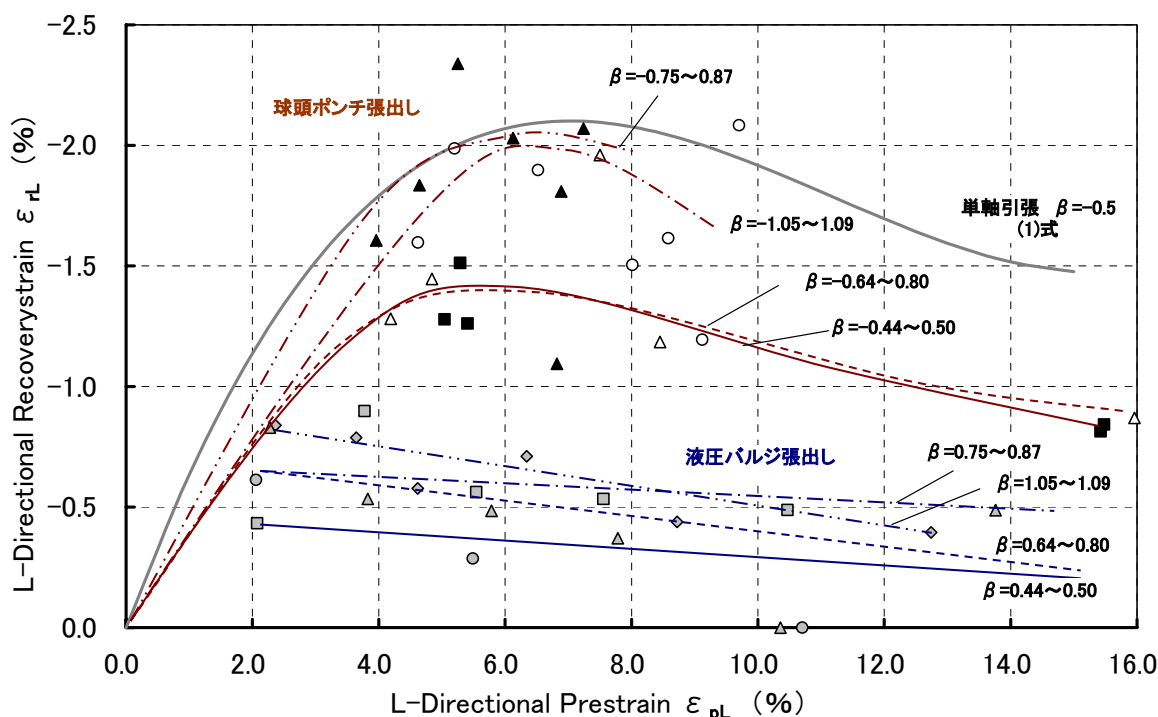


図 2.10 ポンチ張出し試験片長手方向 LD の予ひずみと形状回復ひずみ

単軸引張では、 $\varepsilon_{pL}$  が増加するにつれ  $\varepsilon_{rL}$  の絶対値が増加し、概ね 7% の時に形状回復ひずみが最大となる。これは、本合金に応力誘起マルテンサイト変態を発現させるひずみ以上の過大なひずみを与えると、完全転位が導入され形状回復挙動が阻害されるためである<sup>6), 9)</sup>。

ポンチ張出し試験片の形状回復ひずみは、予ひずみ比  $\beta = -0.5$  すなわち単軸引張状態に近いときには、単軸引張と同等である。しかしながら、 $\beta$  が増加するにつれて形状回復ひずみの減少と、形状回復ひずみ  $\varepsilon_{rL}$  が最大となる予ひずみ  $\varepsilon_{pL}$  は下がる傾向となる事が確認された。液圧バルジ張出し試験片は、 $\beta$  が  $0.44 \sim 0.87$  と二軸引張状態であるため、形状回復ひずみは単軸引張やポンチ張出しに比べ大きく劣っている。

### 2. 3. 2 マルシニアック法による張出し成形に対する形状回復特性

図 2.11 にマルシニアック張出し試験片の予ひずみ付与後と形状回復処理後のひずみ分布を示す。ポンチ張出し成形同様、横軸はひずみの LD 成分、縦軸は WD 成分である。

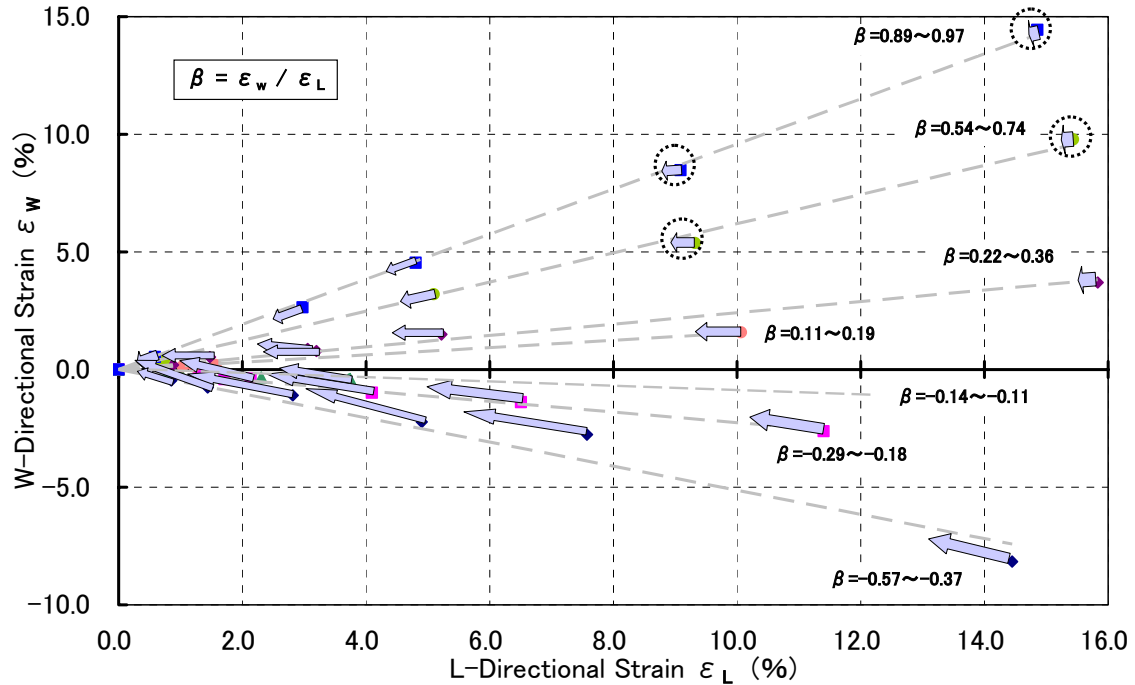


図 2.11 マルシニアック張出し成形による予ひずみ付与後と形状回復処理後の L 方向と W 方向の形状回復ひずみ

予ひずみ付与後のひずみ分布は、 $\beta = -0.37 \sim 0.97$  であり単軸引張から等二軸引張までの遷移領域で予ひずみを与えられた。 $\beta = -0.57 \sim 0.36$  までは、形状回復方向は単軸引張同様に予ひずみとは逆方向へと回復しているが、 $\beta = 0.54 \sim 0.97$  の等二軸近傍では、予ひずみの LD 成分  $\varepsilon_{pL}$  が増加するにつれ、形状回復方向は必ずしも原点へは向いていない(破線丸)。この結果は、図 2.9 の液圧バルジ張出し成形と同様な傾向であるが、ひずみが小さいために測定時の誤差であると考えられる。また、形状回復ひずみは単軸引張に比べ著しく小さい。

二軸引張変形では、 $\varepsilon$  相とすべり帯の両方が多方向に形成され、それぞれが複雑に交差し、逆変態の形状回復が完全転位の絡み合いによって拘束されることが確認されている<sup>19)</sup>。このため、 $\beta$  が大きい二軸引張領域においては、形状回復ひずみの低下と形状回復方向の相違が見られると考えられる。

マルシニアック法による張出し試験片の予ひずみと形状回復ひずみの関係を図 2.12 に示す。ポンチ張出し成形でも見られたように、単軸引張から予ひずみ比  $\beta$  が増加するにつれ、形状回復ひずみの絶対値は減少し、形状回復ひずみの絶対値が最大となるような予ひずみ  $\varepsilon_{pL}$  は減少する傾向となる。



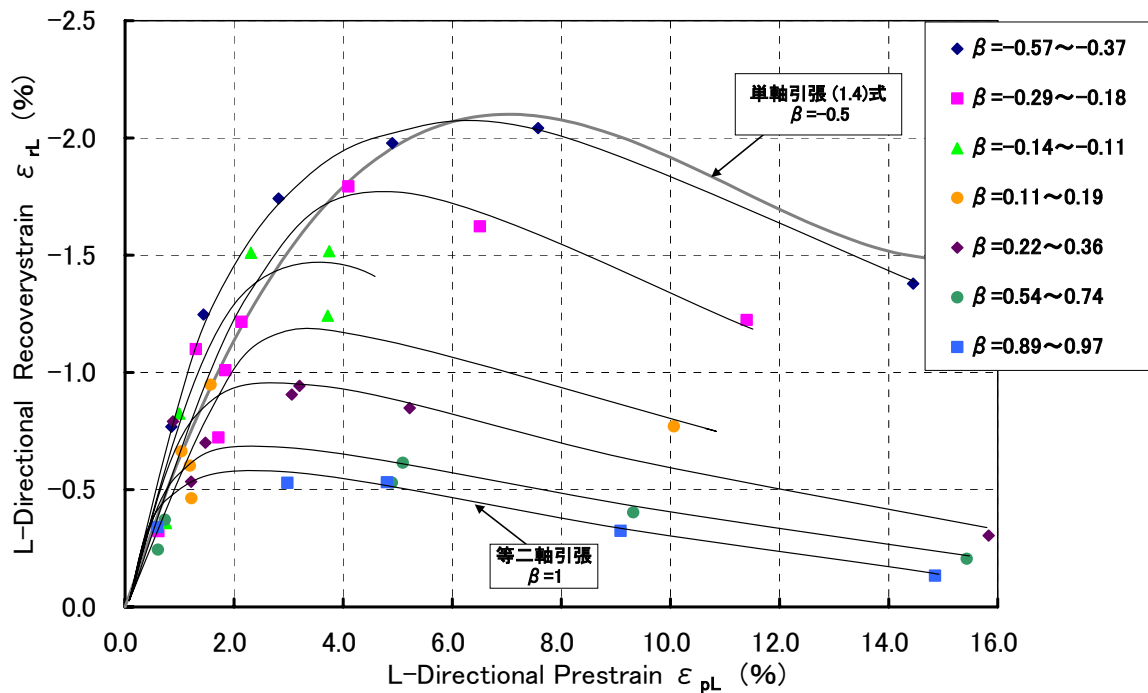


図 2.12 マルシニアック張出し試験片長手方向 LD の予ひずみと形状回復ひずみ

ポンチ張出し試験片およびマルシニアック張出し試験片の予ひずみと形状回復ひずみの関係から示された、二軸応力による予ひずみ付与に対する形状回復特性を図 2.13 に示す。点線で示した近似曲線はポンチ張出し試験片、実線がマルシニアック張出し試験片の値である。

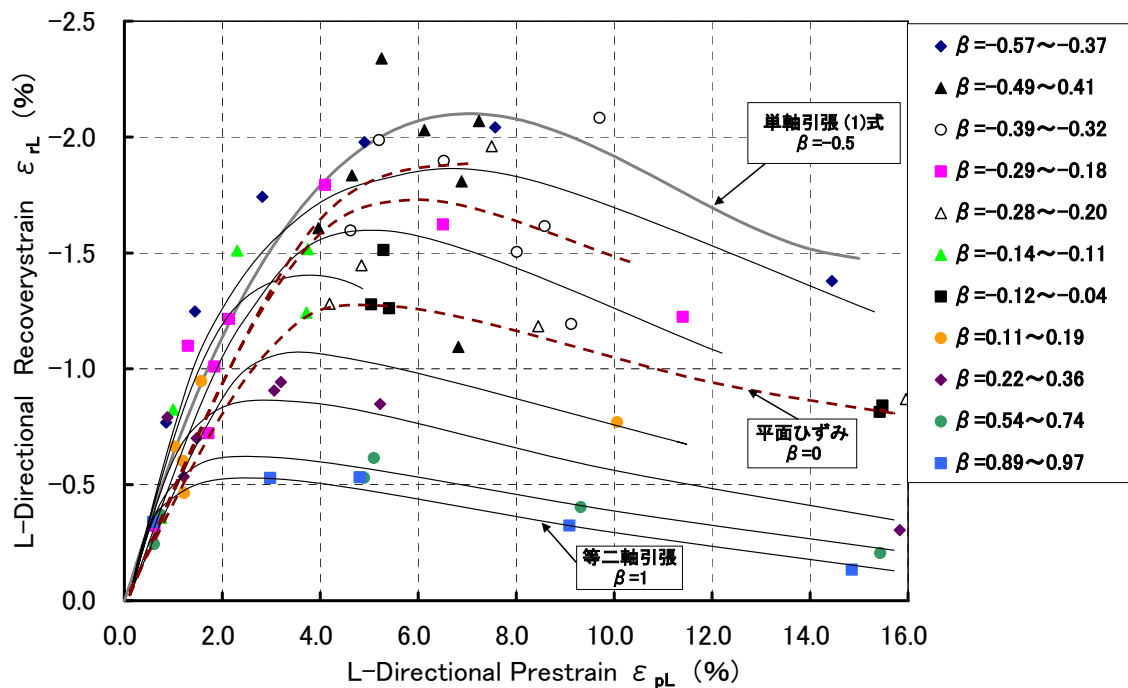


図 2.13 平面応力による予ひずみ付与と形状回復特性



### 2. 3. 3 ねじり変形に対する形状回復特性

ひずみゲージ貼付用試験片を用いて、ひずみゲージで工学せん断ひずみを測定した結果および、ねじり角測定用試験片を用いて、標点間Lのねじり角により工学せん断ひずみ $\gamma$ を算出し、座標変換した $\varepsilon_{XX}$ の結果を図2.14に示す。簡略化のため $\varepsilon' = \varepsilon_{XX}$ で表示する。トレーニングありとは、単軸引張においてトレーニング処理を1回行ったときの値である。単軸引張は、式(1.4)、(1.5)を用いた。今回の試験は単純せん断であるため、 $|\varepsilon_{XX}| = |\varepsilon_{YY}|$ である。

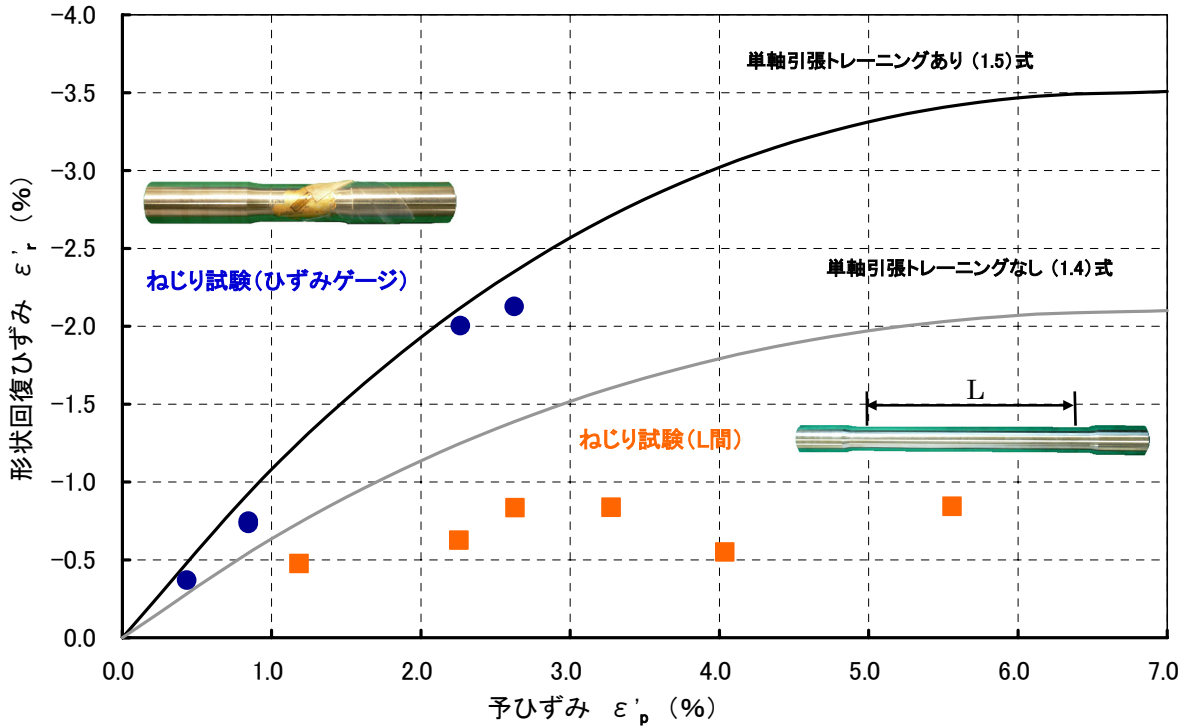


図 2.14 ねじり変形に対する予ひずみと形状回復ひずみ

ひずみゲージによって測定した値は、いずれも単軸引張のトレーニングを施した値に近づいた。一方、標点距離Lをねじり角によって測定した値は、単軸引張のトレーニングを施していない値よりも著しく低下した値となった。

図2.15に、標点間A~Dの各予ひずみ $\varepsilon'p$ と形状回復ひずみ $\varepsilon'r$ の関係を示す。予ひずみが小さい場合は、単軸引張のトレーニングを施している値と同等の形状回復をしているが、多くのポイントは単軸引張のトレーニングを施していない値よりも著しく低下している傾向が見られる。ここで、標点間の位置による形状回復ひずみの大きさに注目すると、試験片中央部B、Cの値が両端部A、Dの値より大きい傾向となった。

ねじり試験機によって予ひずみを付与する際、標点L間を均一にねじることができず、各標点間で異なる予ひずみの値を示した。この予ひずみの違いに着目すると、予ひずみが最も大きい値を示した標点間は最も形状回復ひずみも大きくなる特徴が認められた。試験片によ

つては最大の予ひずみと最小の予ひずみとの差は2倍以上あった。以上の試験結果の主な原因として、試験片作成する際の切削加工時にすでにひずみが付与されてしまったためと、試験片の肉厚が1mmと薄いために一定の肉厚に切削できず肉厚の分布が不均一になっていたことが考えられる。

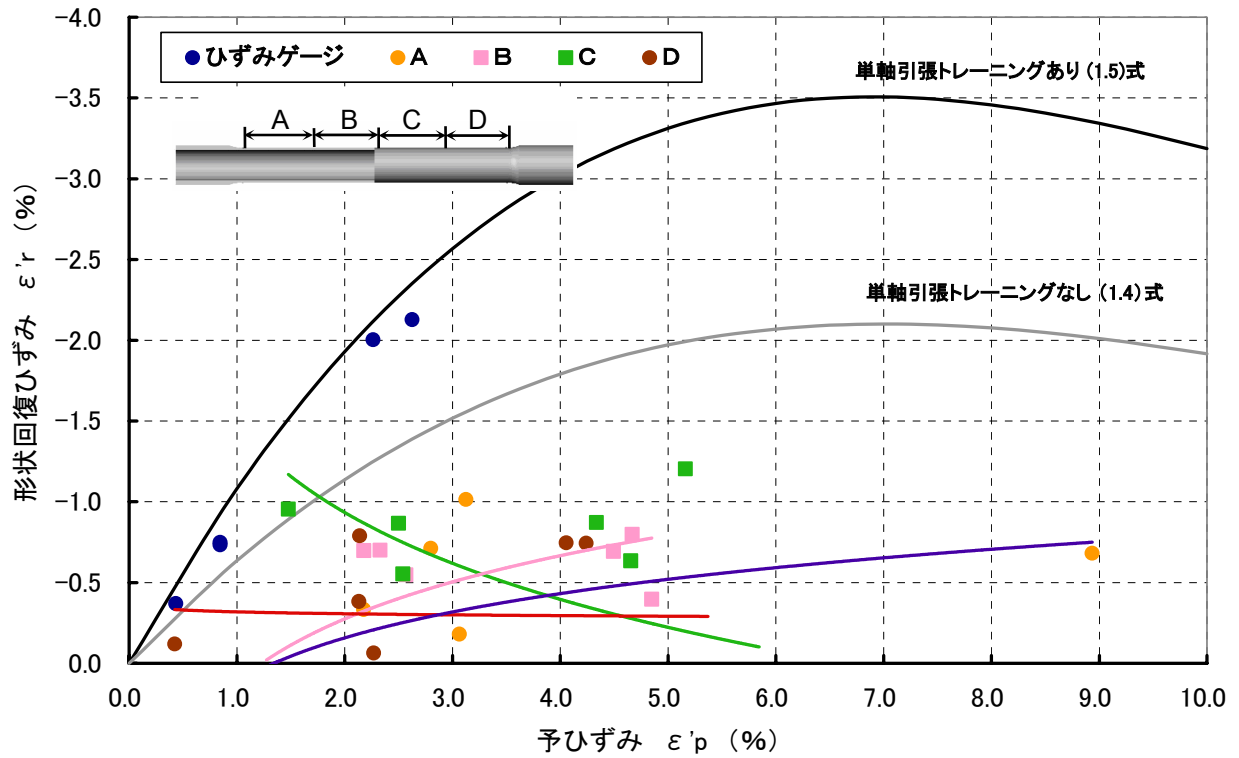


図 2.15 A~D 間 (ねじり角による測定) の形状回復特性

## 2. 4 結言

二軸応力による予ひずみ付与として、ポンチ張出し成形とマルシニアック法による張出し成形およびねじり変形を施し、それぞれに対する形状回復特性を調査した結果、以下の事が明らかとなった。

- (1) 平面応力による予ひずみ付与に対する形状回復ひずみは、単軸引張による予ひずみ付与のものよりも著しく小さい。
- (2) 予ひずみを単軸引張から等二軸引張までの遷移領域で付与すると、形状回復方向は概ね形状が戻る原点方向へと向かう。
- (3) 予ひずみ付与応力が単軸引張から等二軸引張になるにつれ、形状回復ひずみが著しく劣り、形状回復ひずみのピークは、予ひずみの少ない方向へと移る傾向が確認された。
- (4) これら形状回復特性の低下は、平面応力により形成された $\varepsilon$ 相が乱雑に交差することで、良好な $\varepsilon \rightarrow \gamma$ 相変態が阻害されることによる考えられる。

### 3. 単軸引張応力による予ひずみ付与と形状回復応力

#### 3. 1 緒言

鉄系形状記憶合金を構造用部材に適用する際には、その形状回復応力の把握も重要となる。形状回復応力とは、形状が回復する際に発現する形状回復ひずみを何らかの外部拘束により変位を抑制した結果、形状記憶合金に生じる応力と定義する。本合金における形状回復応力は、概ね 150MPa~200MPa とされているが、形状回復力の発現メカニズムは分かっていない。

また、管継手に適用する際、図 3.1 のように形状回復処理開始時に、継手と鋼管の間のクリアランスがどの程度あるかにより、継手の締結力が変わってくる。継手の外径はマンドレルを用いた押広げによることが多い。押広げによる外径は周方向にひずみが入るため、継手周方向ひずみを単軸引張試験片における軸方向ひずみに置き換え、各種条件で変位を拘束した場合の形状回復ひずみと、その時に発生する形状回復応力との関係を調査した。

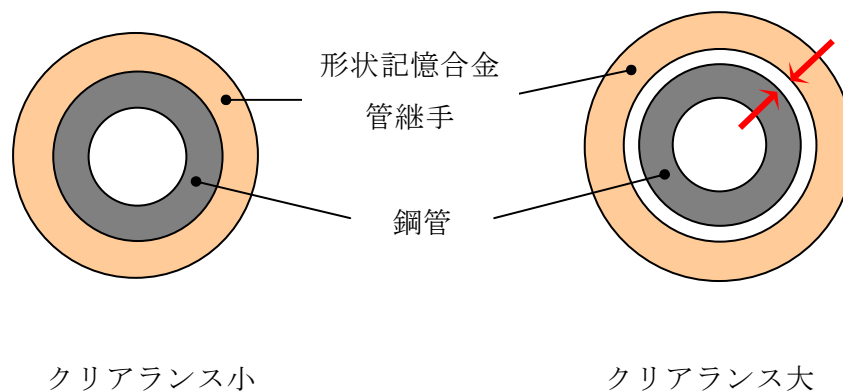


図 3.1 形状回復前の継手と鋼管のクリアランスの有無

#### 3. 2 実験方法

供試材には Fe-28Mn-6Si-5Cr (mass%) 合金を用いた。

まず、1150°C で板厚 0.8mm の薄板へと圧延し、圧延方向を LD、板幅方向を TD と定めた。その後、切削加工により平行部が 100mm、幅 W が 19mm、板厚 t が 0.8mm の引張試験片を作成し、形状記憶処理として約 1050°C で 1 時間の加熱と空冷を施した。その後、形状回復処理を施す際に、引張試験機チャックへの熱移動を防止するため、試験片チャック部に厚さ t=5mm のセラミックス系断熱材を接着し、接着材硬化のため 93°C で 2 時間のキュア処理を行った。

##### 3. 2. 1 予ひずみ付与

試験片をインストロン型引張試験機にて、単軸引張による予ひずみ  $\epsilon_{pL}$  を 5.5~6.0% 与えた。予ひずみ  $\epsilon_{pL}$  は、単軸引張における形状回復ひずみが最大となる予ひずみとした (図 1.12)。予ひずみ  $\epsilon_{pL}$  の算出は式 (2.1) を用いる。

### 3. 2. 2 形状回復処理

予ひずみ付与後、試験片を加熱する形状回復処理を施すことにより、試験片に発生する軸方向応力 $\sigma$ を測定した。拘束による形状回復処理試験の概要を図3.2に示す。

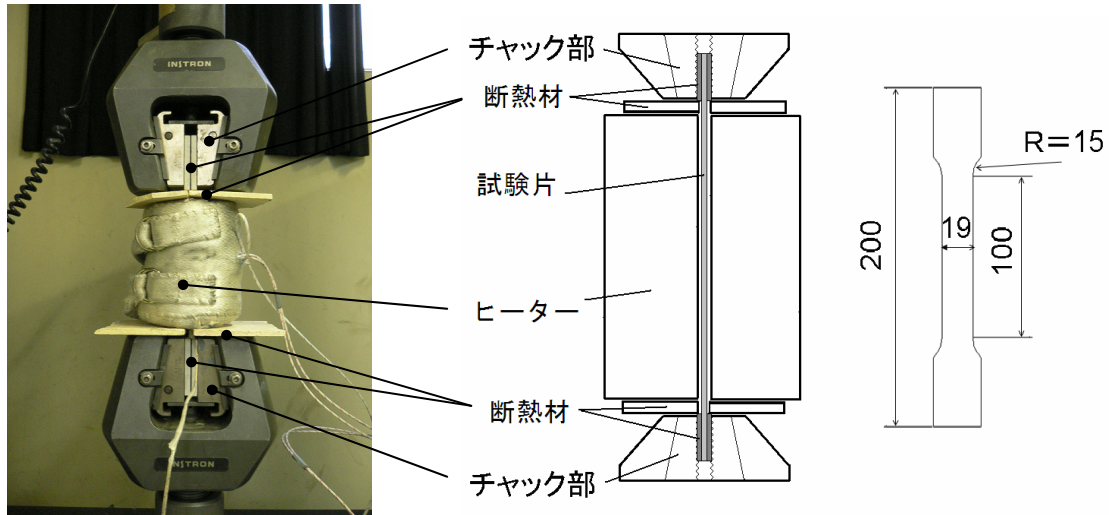


図 3.2 形状回復応力測定試験概要

試験片をインストロン型引張試験機にチャックし、形状回復処理としてバンドヒーターにて280～450℃での加熱と空冷を施した。バンドヒーターの上下部には試験片を一定に加熱させるために断熱材を取り付けた。加熱速度は12℃/分、冷却速度は6℃/分とし、形状回復処理の間に発生した軸方向応力 $\sigma$ を試験機のロードセルにて測定した。軸方向形状回復ひずみ $\varepsilon_{rL}$ は、(2.3)式で表す。

試験条件を、(1)図3.3a)に示すように、クリアランスが大きく変位拘束が無い $\varepsilon_{rL}=1.6\%$ 、(2)図3.3b)に示すように、ある程度の形状回復ひずみを伴った後に変位拘束される $\varepsilon_{rL}=0.57\sim 1.34\%$ 、(3)図3.3c)に示すように、加熱初期から変位を完全拘束した $\varepsilon_{rL}=0\%$ 、および(4)形状回復処理の加熱温度が形状回復応力におよぼす影響の4通りとした。試験条件を表3.1に示す。

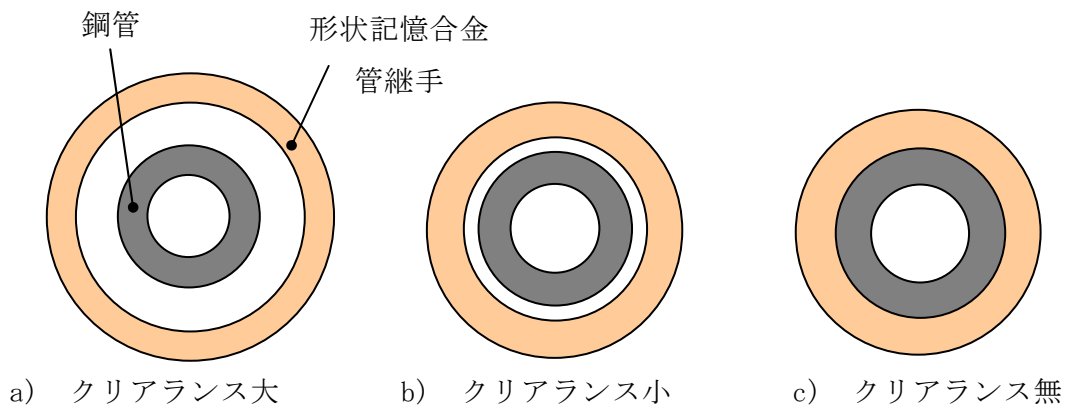


図 3.3 形状回復前のクリアランス状態

表 3.1 形状回復応力測定試験条件

| No. | 予ひずみ | 形状回復処理温度 | 変位拘束前に発現する<br>形状回復ひずみ |
|-----|------|----------|-----------------------|
| 1   | 6 %  | 280 °C   | 0 % (完全拘束)            |
| 2   |      | 375 °C   |                       |
| 3   |      |          | 0.57 %                |
| 4   |      |          | 1.00 %                |
| 5   |      |          | 1.18 %                |
| 6   |      |          | 1.34 %                |
| 7   |      | 1.57 %   |                       |
| 8   |      | 460 °C   | 0 %                   |

### 3. 3 実験結果および考察

#### 3. 3. 1 形状回復工程の形状回復ひずみの推移

変位を拘束せずに、常温から 375°C までの加熱と冷却を行った時の軸方向の形状回復ひずみ  $\epsilon_{rL}$  の推移を図 3.4 に示す。横軸に温度、縦軸に軸方向形状回復ひずみ  $\epsilon_{rL}$  をとる。軸方向ひずみが減少するにつれ、試験片は縮む方向すなわち形状回復していることを意味する。

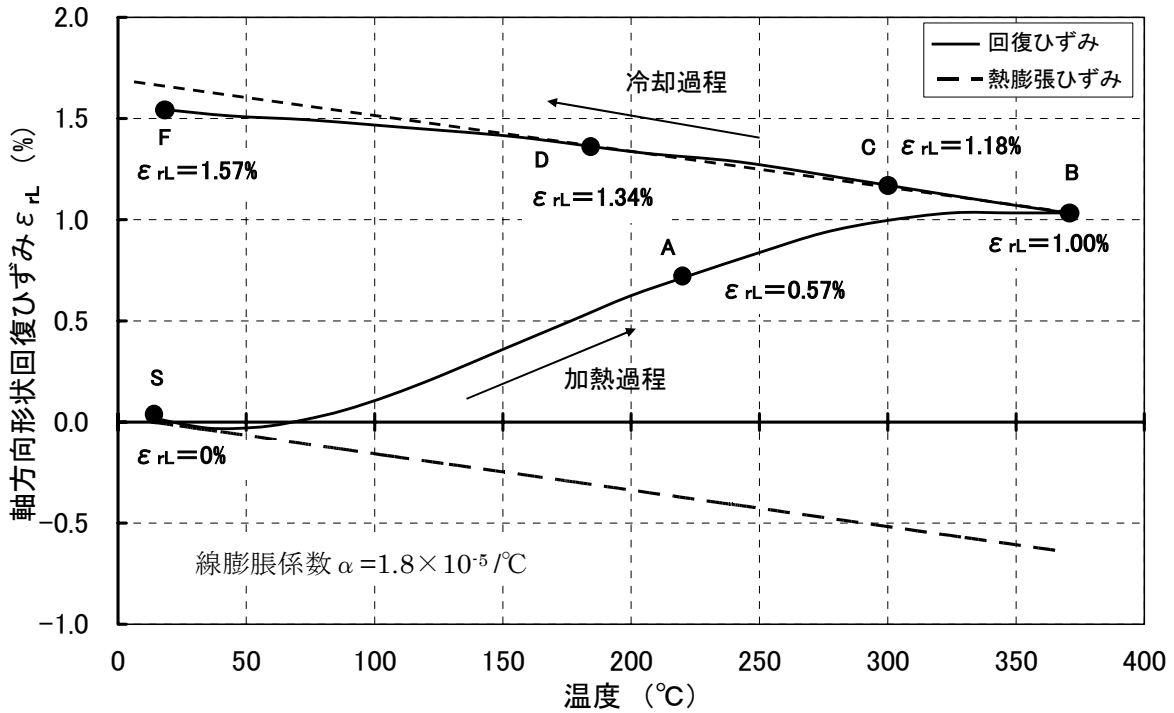


図 3.4 無拘束による軸方向形状回復ひずみの推移

常温から 375°C までの加熱過程では、まず熱膨張により試験片長手方向に僅かに膨張する。その後、 $\epsilon \rightarrow \gamma$  相への逆変態により縮み変形するが(領域 S-A)、徐々に飽和していき、B 点 (375°C) では概ね 1% の形状回復ひずみとなった。

375°C からの冷却過程では、熱収縮ひずみのみが試験片に働くため直線的にひずみは増加し、常温までの冷却で形状回復ひずみ  $\epsilon_{pL}$  は 1.6% となった(領域 B-F)。

無拘束状態で発現する形状回復ひずみ  $\epsilon_{rL}$  の変化は、熱ひずみ  $\epsilon_{thermal}$  と、 $\gamma \rightarrow \epsilon$  相変態および  $\epsilon \rightarrow \gamma$  相変態による相変態ひずみ  $\epsilon_{transformation}$  の複合的な値であり、以下の式(2.8)により定義する。

$$\epsilon_r = \epsilon_{thermal} + \epsilon_{transformation} \quad (2.8)$$

### 3. 3. 2 各種拘束条件と形状回復応力の関係

以下の通り、5つの拘束条件で試験片に発生する軸方向応力を測定し、それぞれの形状回復応力特性を検討した。軸方向応力の推移を図3.5に示す。

- ①S点で拘束： $\epsilon_{rL}=0\%$ 、
- ②A点で拘束： $\epsilon_{rL}=0.57\%$
- ③B点で拘束： $\epsilon_{rL}=1.00\%$
- ④C点で拘束： $\epsilon_{rL}=1.18\%$
- ⑤D点で拘束： $\epsilon_{rL}=1.34\%$

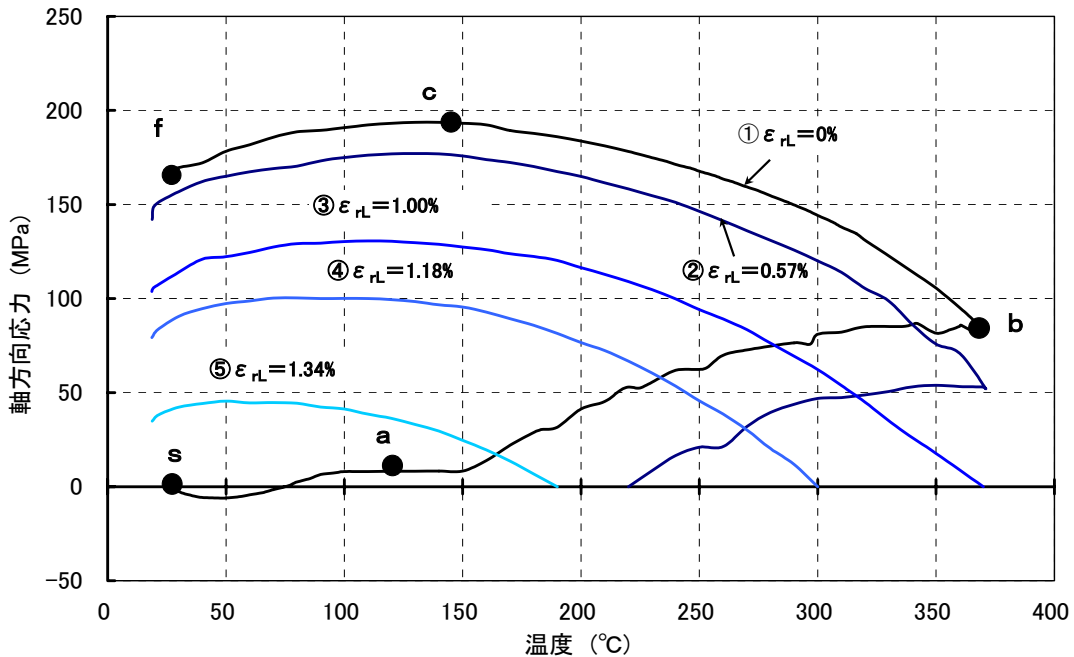


図 3.5 各種変位拘束における温度と軸方向応力の推移

条件①  $\epsilon_{rL}=0\%$ の加熱初期から変位拘束させた状態において、常温から 375°Cまでの加熱過程では、熱膨張により僅かな圧縮応力を生じる(領域 s-a)。その後、 $\epsilon$ 相 $\rightarrow$  $\gamma$ 相への逆変態により縮みが拘束され引張応力を生じ、b点(375°C)では概ね 90MPa となった(領域 a-b)。b点における軸方向形状回復応力は図 3.4 より、供試材を 375°Cで 1%の単軸圧縮を行った時の塑性加工による流動応力に対応していると考えられる。

また、従来の研究によれば<sup>21)</sup>、形状回復時に形状回復する方向とは逆の方向に応力が加わると、形状回復ひずみの絶対値が減少することが判明しており、今回の試験の a-b 曲線上での圧縮変形の形状回復が引張応力下で行われるため、圧縮の形状回復ひずみは減少することとなる。そのため、塑性加工による流動応力は徐々に抑えられると考えられる。

375°Cからの冷却過程では、初めのうち熱収縮による発生応力は増加傾向となるが(領域 b-c)、加熱時と同様概ね本鋼の  $T_0$ 点である 130°C近傍から発生応力は低下し、軸方向形状回復応力  $\sigma$  は約 200MPa 程度で飽和している。この冷却過程では、1.2.2 節よりひずみ拘束によって発生した内部応力と化学的自由エネルギーがバランスした状態であると考えられ、その温度  $T_0$ で化学的な駆動力の逆転が起こる。すなわち、引張応力状態では、 $T_0$ 以上では  $\epsilon$  相が



安定であるが、 $T_0$ 以下では $\gamma \rightarrow \epsilon$ 相変態が進行する。本鋼では、降伏強度以下の応力によって $\gamma \rightarrow \epsilon$ 相変態が生じるため、それに伴うひずみ変化により応力緩和現象が生じていると考えられる(領域 c-f)。

条件②～⑤において、拘束前に発現した $\epsilon_{rL}$ の値が増加するにつれ、変位拘束後に発生した形状回復応力は減少していく。また、応力緩和し始める温度もまた下がっていく傾向となる。これは、図 3.6 に示すように、このとき発現した形状回復応力によって駆動力 $\Delta G$ を補うことで、 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 相変態が起こる。形状回復応力が低くなるにつれ、 $\Delta G$ を補うためには温度を下げる必要があるためであると考えられる。

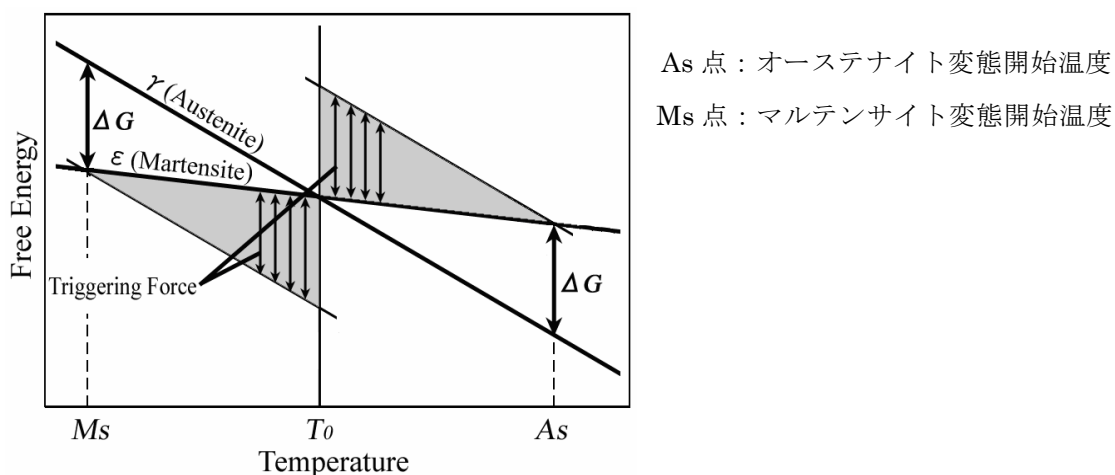


図 3.6 鉄系形状記憶合金の相変態の概念図

形状回復処理時に発現した形状回復ひずみ $\epsilon_{rL}$ と冷却後の形状回復応力 $\sigma$ の関係を図 3.7 に示す。

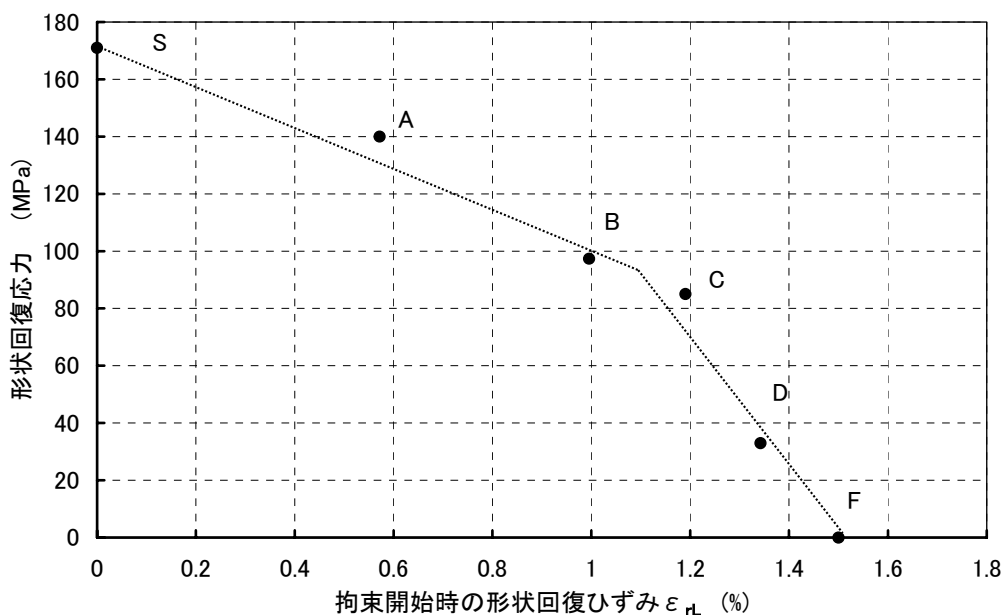


図 3.7 各種拘束開始時の形状回復ひずみと形状回復応力の関係

図 3.4 より、S 点～B 点  $\varepsilon_{FL}=1.00\%$  までは、加熱過程で変位拘束され始め、B 点～F 点では冷却過程で変位拘束されている。また、軸方向形状回復ひずみと軸方向形状回復応力は比例関係にあると考えられる。

### 3. 3. 3 形状回復処理温度が形状回復応力に及ぼす影響

完全拘束による形状回復熱処理温度を 280、375、450℃とした場合の軸方向形状回復応力に及ぼす影響を図 3.8 に示す。

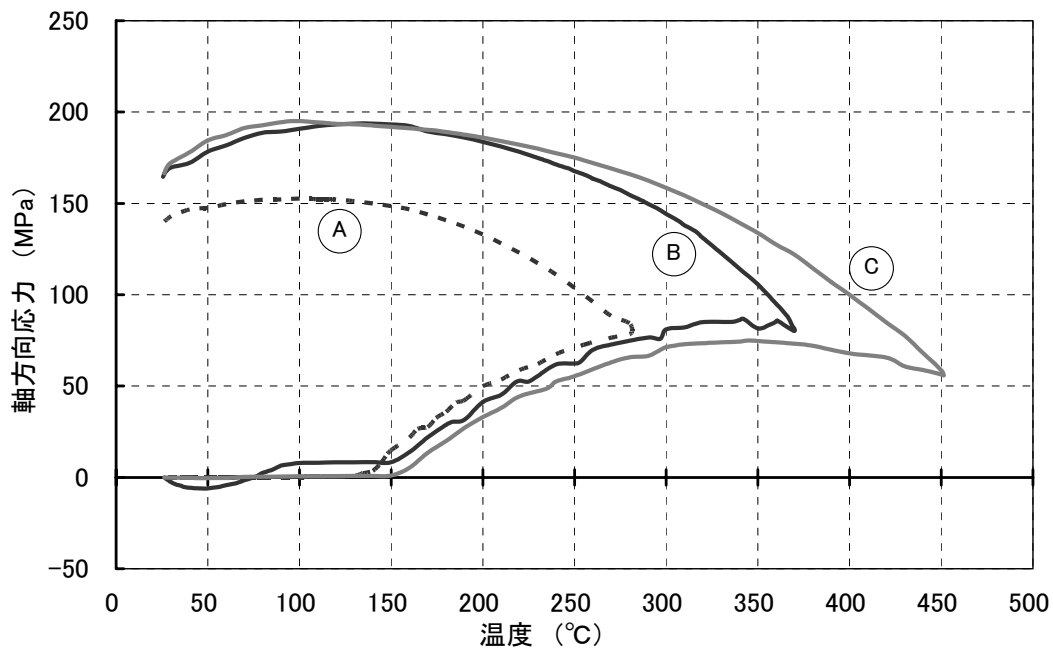


図 3.8 完全拘束による形状回復熱処理温度と軸方向形状回復応力

(A) 280℃まで加熱後に冷却したものは、加熱中に発生応力が上がりきらないうちに冷却過程へと入っており、375℃まで加熱したものよりも冷却後の応力差が 25MPa 程度となっている。一方、(C) 450℃まで加熱後に冷却したものは、加熱過程で 370℃以上になると応力が下がり始めたが、冷却後の応力は (B) 375℃まで加熱したものと同等の値となっている。

### 3. 4 結言

- (1) 変位を拘束した状態で形状回復させた時に発現する軸方向形状回復応力の発現メカニズムについて加熱過程と冷却過程から考察した。冷却時には $\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態に伴うひずみ変化により応力緩和現象が生じる。
- (2) 変位を拘束した場合には、形状回復処理温度は概ね 360°C以上の加熱により最大の軸方向形状回復応力が発現する。
- (3) 変位が拘束されるまでに発現する形状回復ひずみと、拘束によって発現する形状回復応力の関係は比例関係にある。
- (4) 変位しながら形状回復処理を行う時、冷却温度を室温から更に下げていくと、形状回復応力は低下していくと考えられる。

## 4. 結論

### 4. 1 平面応力による予ひずみ付与と形状回復特性

球頭ポンチ張出し成形、マルシニアック法による張出し成形を行い、平面応力による予ひずみ付与と形状回復特性を調査し、過去に行われた単軸引張及び液圧バルジ張出し成形と比較することで、以下の事を解明した。

- (1) 予ひずみ付与時の応力が単軸引張から等二軸引張までの遷移領域において、形状回復方向は概ね形状が戻る原点方向へと向かうが、予ひずみが大きくなるにつれて等二軸近傍では、必ずしも原点方向へは戻らないことが確認された。
- (2) 予ひずみ付与応力が単軸引張から等二軸引張になるにつれて、形状回復ひずみは著しく劣り、形状回復ひずみのピークが減少する傾向が確認された。
- (3) これら形状回復特性の低下は、平面応力により形成された  $\varepsilon$  相が乱雑に交差することで、形状回復特性が低下するものと考えられる。

### 4. 2 単軸引張応力による予ひずみ付与と形状回復応力

単軸引張応力によって予ひずみが付与された時に、各条件で発現する形状回復応力を調査し、以下のことが解明された。

- (1) 変位を拘束した状態で形状回復させた時に発現する軸方向形状回復応力の発現メカニズムについて加熱過程と冷却過程から考察した。冷却時には  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  変態に伴うひずみ変化により応力緩和現象が生じる。
- (2) 変位を拘束した場合には、形状回復処理温度は概ね  $360^{\circ}\text{C}$  以上の加熱により最大の軸方向形状回復応力が発現する。
- (3) 変位が拘束されるまでに発現する形状回復ひずみと、拘束によって発現する形状回復応力の関係は比例関係にある。

## 参考文献

- 1) 田中喜久昭・戸伏壽昭・宮崎修一：形状記憶合金の機械的特性，養賢堂(1993)
- 2) 牧正志：NMC, 3-2(1990), 15-22.
- 3) L. C. Chang and T. A. Read: Trans. AIME, 191(1951), 47-52.
- 4) Z. S. Basinski and J. W. Christian: Acta Metal., 2(1954). 101.
- 5) A. Sato, E. Chishima, K. Soma and T. Mori: Acta Metal., 30(1982), 1177-1183.
- 6) 宮崎修一・大塚和弘：形状記憶合金，産業図書(1984)
- 7) S. Miyazaki et al.: ISIJ Intl., 29(1989), 423.
- 8) L. Kaufman and M. Cohen: "Progress in Metal Physics" (1958) 165.
- 9) 宮崎修一・佐久間俊雄他：形状記憶合金の特性と応用展開，シーエムシー(2001)
- 10) 丸山忠克・栗田孝：金属, 74(2004), 48-51.
- 11) Y. Joto, M. Wada, H. Naoi, and T. Maruyama, : Proc. of IMECE2004 (2004),  
IMECE2004-59504:1-5.
- 12) 村田雄一・直井久他：塑性加工連合講演会(2005), 334pp. 211-212.
- 13) 澤口孝宏・菊池武丕児他：金属, 76(2006), 20-23.
- 14) 佐藤彰一・森勉：日本結晶学会誌, 29-3(1987), 13-20.
- 15) H. Otsuka, M. Murakami and S. Matsuda: Proc. of MRS Int. Mtg. on Advanced Materials,  
9(1989), 451-456.
- 16) 久保紘・丸山忠克：電子材料, 41-4(2004), 56-61.
- 17) 棚橋浩之・丸山忠克・花村年裕：日本金属学会講演概要, (1993), 451.
- 18) 大塚広明・村上雅人・松田昭一：日本金属学会講演概要, (1986), 219
- 19) 和田学・直井久・保田英洋・丸山忠克・吉田亨：塑性と加工, 47-548(2006), 61-65.
- 20) プレス成形難易ハンドブック 第3版 日刊工業新聞社(2007) pp. 138-139
- 21) 和田学・直井久他：塑性と加工 第47巻-第545号 (2006)

## 謝 辞

論文作成の終わりにあたり、本研究につきまして懇切丁寧なご指導を賜りました法政大学教授直井久先生に厚く御礼申し上げます。また、共同研究にて種々のご指導を賜りました淡路マテリア株式会社 丸山忠克様、栗田孝様、坂井ひろみ様に厚く御礼申し上げます。

本研究の遂行にあたり、種々の有益なご助言とご指導を賜りました東京工業大学名誉教授 佐藤彰一先生に厚く御礼申し上げます。

本研究の推進にあたり、試験片の製作にあたり丁寧な加工をして頂きました元法政大学中央工作室島貫様、富田様、同工作室小山様には心より感謝いたします。

最後に本研究の遂行において多大な協力をいただいた、元法政大学工学部機械工学科直井研究室の和田学氏、村田雄一氏、近藤裕幸氏、同研究室の山本英知氏、同研究室の皆様にご心より感謝の意を表します。