

傾斜機能 TiNi 形状記憶合金の開発

[研究代表者] 松井良介 (工学部機械学科)

研究成果の概要

本研究では粉末冶金プロセスで作製した傾斜機能 TiNi 形状記憶合金の強度と延性の向上を図るため、熱間圧延および形状記憶熱処理後に圧下率 1%の冷間圧延を行う作製プロセスを提案した。さらにこの方法で作製した材料について、まずは基本的な特性である硬さおよび局所変形特性をデジタル画像相関法によって実験的に明らかにした。本研究で得られた成果の要点を以下に示す。(1) 熱間圧延および形状記憶熱処理後に圧下率 1%の冷間圧延を行うと、未処理材に比べ材料全体の平均的な変形抵抗が上昇する。(2) 上記(1)の材料において、未処理材と同様にその位置の Ni 濃度に応じて変形抵抗の傾斜機能特性を発現する。(3) 上記(1)の材料において、最大ひずみ 3.3%の範囲では加熱後の非回復ひずみは現れない。

研究分野：材料工学, 材料力学, 塑性加工学

キーワード：TiNi 合金, 形状記憶合金, 傾斜機能材料, デジタル画像相関法, 熱間圧延

1. 研究開始当初の背景

インテリジェント材料である形状記憶合金 (shape memory alloy, 以下 SMA) は大きく形状を変形させても加熱を行うことで元の形状に戻る形状記憶効果と、形状回復する温度以上で変形させても除荷のみで元の形状に戻る超弾性の主に 2つのユニークな特性を持つ。特に Ti-Ni 系の SMA は疲労強度や耐食性および生体適合性に優れているため、歯列矯正ワイヤや眼鏡フレームなどに幅広く用いられているものの、応用先は限定的である。そのため応用範囲をさらに拡大すべく、高機能化を目指した様々な研究が行われている。

2. 研究の目的

前述の背景を鑑み、本研究では TiNi SMA の高機能化を図り、応用範囲をさらに拡大させるべく、本材料が有する変態温度の組成依存性に着目し、試験片の長手方向に変態温度を変化させた傾斜機能 TiNi SMA (以下 FGSMa) を実現することを目的とする。この FGSMa は粉末冶金法で作製することが特徴である。一般的に粉末冶金法で作製された金属材料は溶製材に比べ密度が低く、強度・延性に劣ることが知られている。そこで本研究ではこれらの特性を

改善すべく、FGSMa に熱間および冷間圧延、熱処理を施して主に変形特性がどのように変化するかを実験的に明らかにした。

3. 研究の方法

(1) デジタル画像相関法

本研究では非接触で材料表面の変位分布を計測できるデジタル画像相関法 (digital image correlation, 以下 DIC) を用いた。この方法は変形前後の測定対象の表面画像から変位分布を求める方法である。本研究のように平板試験片の面内変形を対象とした二次元計測の場合には DIC を用いて x, y 方向の変位 u, v の分布を求めることができ、変位勾配から各ひずみ成分を求めることができる。すなわち、ある点の u, v とその位置の垂直ひずみ $\varepsilon_x, \varepsilon_y$ には以下の式 (1)および(2)が成立する。

$$\varepsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (1)$$

$$\varepsilon_y = \frac{\partial v}{\partial y} \quad (2)$$

TiNi SMA では引張または圧縮の力学的な負荷により応力誘起マルテンサイト (martensite, 以下 M) 変態が生じ、母

相から M 相への相変態が発生する（または M 相が力学的負荷によって再配列する）。このとき、応力-ひずみ曲線に応力水平段が現れる。このような相変態または再配列は変位速度が比較的低い場合には試験片内でランダムに発生するのではなく、軟鋼で見られるリュードース帯のようにある箇所から徐々に広がっていくことが知られている。このような TiNi SMA の特異な局所変形特性を明らかにするために DIC は極めて有用な手法である。本研究では試験片内の位置によって変形特性が異なる FG SMA の作製を目指しており、局所的な応力-ひずみ曲線を求めることができる DIC はこの点においても有用な方法であると言える。この方法によって、FG SMA の強度、延性の向上および傾斜機能特性の発現が見込める製造プロセスの確立を行った。

(2) FG SMA の作製プロセス

本研究で提案する FG SMA の作製プロセスを図 1 に示す。このプロセスは TiNi SMA の変態温度（すなわち変形抵抗）が Ni 濃度に依存して変化することを利用したものである。まず、Ti と Ni の混合割合を 5 段階に変化させた粉末を順に黒鉛型に積層し、その後 1023 K でパルス通電加圧焼結を行って焼結体を得た。この焼結体に Ti と Ni の相互拡散を促すための溶体化処理 (solution heat treatment, 以下 SHT) を温度 1273 K で 43.2 ks 行った材料を作製した。次に同材料をワイヤ放電加工で幅 5 mm、長さ 27 mm、厚さ 1 mm の帯板に切り出し、圧密と結晶粒微細化を目的とした圧下率 30% の熱間圧延 (hot rolling, HR) を施した材料を作製した。圧下率 R は以下のように定義した。

$$R = \frac{t_i - t_r}{t_i} \times 100 [\%] \quad (3)$$

ここで、 t_i は初期板厚、 t_r は圧延後の板厚とする。

さらに形状記憶特性改善のために形状記憶熱処理 (shape memory treatment, SMT) を施した。SMT は 773 K の温度を 3.6 ks 保持し、水冷する条件で行った。最後に表面近傍に加工硬化や圧縮残留応力付与を主目的とした圧下率 1% の冷間圧延 (cold rolling, CR) を施して試験片とした (以下 HR-SMT-CR 材)。切り出した直後の試験片形状と Ni 濃度を模式的に図 2 に示す。Ni 濃度は図 2 に示す通り、顕著な変態温度変化を示す 49.8 at% から 51.0 at% の範囲になるよう設定した。

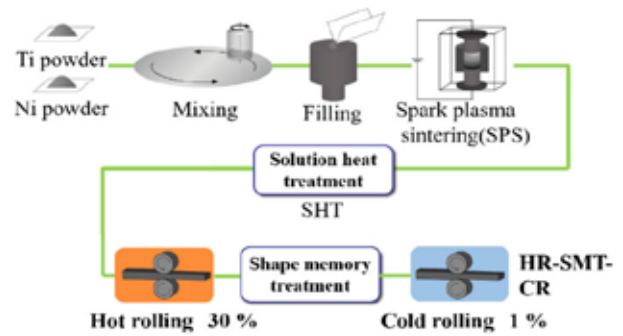


図 1 FG SMA の作製プロセス

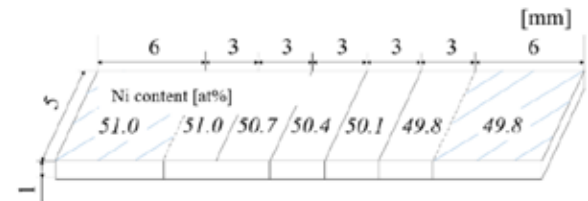


図 2 SHT 材の形状と Ni 濃度の設定

4. 研究成果

(1) 圧延前後の変形特性

DIC で得られた SHT 材および HR-SMT-CR 材の応力-ひずみ曲線を図 3 に示す。引張試験は室温下において行い、ひずみ速度は $9.38 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ とした。また、除荷後は逆変態終了温度以上まで加熱し、非回復ひずみを調べた。図 3 の横軸は測定領域両端の変位から求めた試験片全体の平均ひずみを表す。この図から、HR-SMT-CR 材の応力レベルは SHT 材に比べて向上することがわかる。これは熱間圧延による圧密および形状記憶熱処理後の冷間圧延による予ひずみによるものである。また、HR-SMT-CR 材においては除荷過程で残存したひずみが加熱過程で完全に回復することがわかる。これは圧密およびすべり臨界応力向上の効果であると言える。

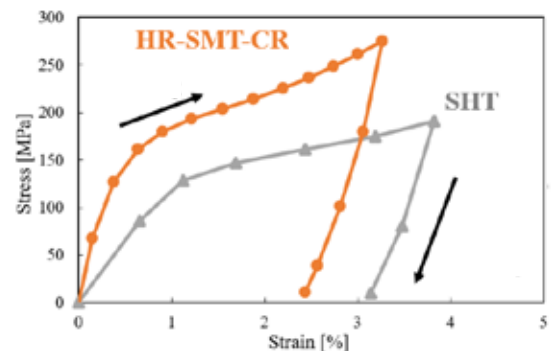


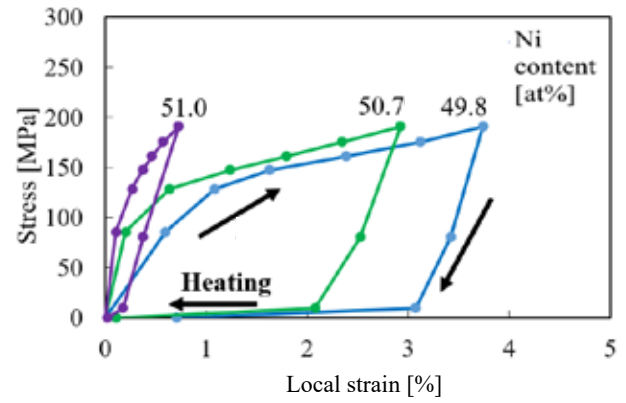
図 3 SHT 材および HR-SMT-CR 材の応力-ひずみ曲線

(2) 局所変形特性

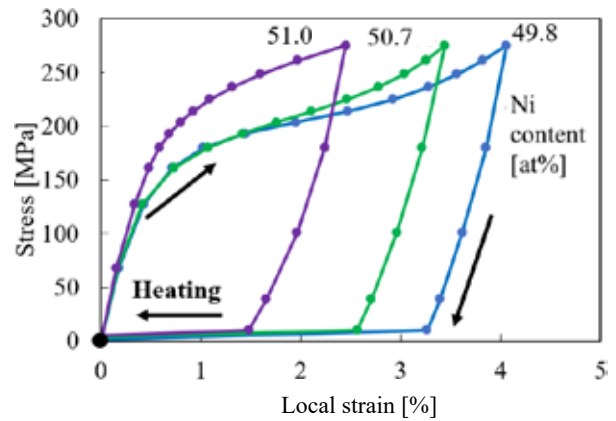
DICにより解析したSHT材とHR-SMT-CR材の代表的な位置における局所的な応力-ひずみ曲線を図4(a), (b)にそれぞれ示す。これらの図の横軸は各Ni濃度に対応する範囲の局所ひずみを平均した値である。図4から、両材料においてNi濃度の上昇に伴う最大ひずみの減少と応力の増大が確認され、変形抵抗の傾斜機能特性が現れていることがわかる。従って、冷間圧延を形状記憶熱処理の後に施しても変形抵抗の傾斜機能特性は損なわれまいと言える。また、図4(b)に示すHR-SMT-CR材において、加熱後の非回復ひずみはいずれの位置においても確認されない。これは予ひずみを与えた効果であり、今後は負荷・除荷・加熱サイクルを与えた場合の局所変形特性を明らかにすることが必須である。

謝辞

本研究の一部は中部大学の加藤章教授のご協力の下実施されました。ここに謝意を表します。



(a) SHT 材



(b) HR-SMT-CR 材

図4 各Ni濃度に対応する位置における局所応力-ひずみ曲線