

**TiNi 形状記憶合金のサブグループ負荷における変形特性
および窒素イオン注入による疲労特性の向上**

2014 年 1 月

武 田 亘 平

目 次

第1章 緒 論	1
1.1 はじめに	1
1.2 本研究の目的と論文概要	3
第2章 形状記憶合金の特性	8
2.1 応力-ひずみ-温度関係	8
2.2 構成式および変態進展条件	8
2.3 サブルーブ負荷のひずみ制御と応力制御における変形特性	12
第3章 試験片および実験装置	15
3.1 供試材および試験片	15
3.2 実験装置	16
3.2.1 引張試験機	16
3.2.2 両振り平面曲げ疲労試験機	16
第4章 サブルーブ超弾性変形	20
4.1 緒 言	20
4.2 実験方法	20
4.3 実験結果および考察	21
4.3.1 サブルーブ超弾性変形の負荷速度依存性	21
(1) 一定ひずみ速度下での変形	21
(2) 一定応力速度下での変形	22

(3) 変態帯の進展挙動	23
4.3.2 変態誘起クリープ変形	24
(1) ひずみの挙動	24
(2) ひずみの進展特性	25
4.3.3 ひずみ変動する場合のサブグループ超弾性変形	27
(1) 応力-ひずみ関係	27
(2) 変態帯の進展挙動	27
4.3.4 変態帯の挙動	30
4.4 結 言	32
第5章 応力制御サブグループ負荷における変態誘起クリープおよびクリープ回復特性	34
5.1 緒 言	34
5.2 実験方法	34
5.3 実験結果および考察	35
5.3.1 応力-ひずみ曲線およびひずみ-時間関係	35
5.3.2 変態帯の挙動	37
5.3.3 変態に伴う温度変化	37
5.3.4 応力制御サブグループ負荷における変態誘起クリープおよびクリープ回復の進展条件	39
5.3.5 応力保持開始ひずみが応力保持過程におけるひずみ速度に与える影響	40
(1) 負荷時における応力保持開始ひずみ ε_1 がクリープひずみ速度に与える影響	40
(2) 除荷時における応力保持開始ひずみ ε_3 がクリープ回復ひずみ速度に与える影響....	41
5.4 結 言	44
第6章 応力制御サブグループ負荷における変態誘起応力緩和および応力回復特性	47
6.1 緒 言	47
6.2 実験方法	47

6.3	実験結果および考察	48
6.3.1	応力-ひずみ曲線および応力-時間関係	48
6.3.2	変態帯の挙動	50
6.3.3	変態に伴う温度変化	51
6.3.4	応力制御サブロープ負荷における変態誘起応力緩和および応力回復の進展条件	54
6.3.5	応力緩和および応力回復に与える応力速度の影響	55
6.4	結 言	56
第7章	窒素イオン注入 TiNi 形状記憶合金ワイヤの変形および疲労特性	59
7.1	緒 言	59
7.2	実験方法	59
7.3	実験結果および考察	59
7.3.1	変形特性	59
	(1) 変態温度	59
	(2) 引張変形特性	61
7.3.2	疲労特性	62
	(1) 疲労寿命曲線	62
	(2) 疲労き裂および破断面	63
7.3.3	窒素イオン注入における A_f , S_M および β の影響	65
7.4	結 言	67
第8章	結 論	69
謝 辞	72

第1章 緒論

1.1 はじめに

近年、地球環境やエネルギー資源の問題は人類にとって重大な課題になっており、地球温暖化対策、省資源、省エネルギーに関する科学技術の開発が工学分野においても重要になっている。このような科学技術を開発するために、通常の金属にはない新たな機能特性を有する新材料の開発と応用が進められている。新材料としては、形状記憶材料、傾斜機能材料、超伝導材料、熱電変換材料、ナノ材料など各種の材料が研究されている^{(1), (2)}。その中で、材料が自ら感じ（センサ機能）、自らが判断して（プロセッサ機能）、適切な行動をおこす（アクチュエータ機能）という賢い材料としてインテリジェント材料が世界的に注目されている⁽³⁾⁻⁽⁶⁾。この革新的なインテリジェント材料の研究を活発化させた材料の一つが形状記憶合金（shape memory alloy, 以下 SMA）である⁽⁷⁾⁻⁽²⁵⁾。SMA ではある応力以上で見掛け上の降伏が生じ、負荷と除荷で残留変形が現れる。このため通常の金属の塑性変形に類似した変形特性となるが、加熱によりその残留変形はほぼ完全になくなり、形状が元に戻る。これは、通常の金属における転位によるすべり変形ではなく、マルテンサイト（martensite, M）変態と呼ばれる結晶構造の変化によって変形が生じ、加熱による逆変態で形状が戻るためである。このように変形した形状が無応力下の加熱により元の形状へと戻る現象を形状記憶効果（shape memory effect, 以下 SME）と呼ぶ。また、負荷により降伏を起こした後、除荷過程において見掛けの塑性変形が回復する現象もある。この場合、応力-ひずみ曲線は負荷除荷で大きなヒステリシスループを描き、通常の弾性変形をはるかにしのぐ大きさの可逆的変形であるため、超弾性（superelasticity, 以下 SE）と呼ばれている。SMA はこれら SME や SE といったユニークな機能特性を示し、大きな変形が回復するだけでなく、非常に大きな回復応力が発生するので、アクチュエータ機能に優れており、その応用が世界的に注目されている^{(7)-(11), (13)-(15), (18), (22)-(24)}。例えば、SME を利用した場合は、変形した形状を拘束して加熱すると大きな回復応力が得られ、この回復応力を温度センサや小型アクチュエータ、さらにはこれら 2 つ役割を同時に果たす素子等へ応用されている。SE を利用した場合に現れる大きな回復ひずみやエネルギーの貯蔵および散逸特性は、メガネフレーム、トーションバー、防振材等に応用されている。実用において用いられている SMA は TiNi 系、Cu 系、Fe 系などがある。Cu 系は加工が容易で安価であるが結晶粒が大きく繰返し特性と疲労特性に問題がある。Fe 系は高温で作動するが繰返し特性と超弾性特性に問題がある。TiNi 系は高価であるが、結晶粒が微細で靱性に富み、他の SMA に比べて疲労特性に優れているため、現在実用において最も多く用いられている。

SMA の応用において記憶素子を設計するためには、材料の熱・力学特性が必要である。SMA の機能特性は、すでに述べたように、主に M 変態に基づいて現れる。SMA の M 変態は温度およ

び応力の変化およびこれらの履歴に依存するために、M 変態に伴う変形特性は複雑である⁽²⁹⁾⁻⁽³¹⁾。熱・力学特性に関するこれまでの多くの研究は M 変態および逆変態が完了するフループ（完全ループとも呼ばれる）の条件の下で行われている。実用においてはひずみ、温度および応力は種々に変動する。M 変態が完了しない範囲でひずみ、温度および応力が変動するサブループ（部分ループあるいは内部ループとも呼ばれる）の負荷を受ける場合、フループで規定される M 変態の開始と終了の条件は満たされない。このため、M 変態と逆変態の進展はひずみ、温度および応力の履歴に依存して変化する⁽³¹⁾⁻⁽³⁴⁾。例えば、一定応力下の加熱と冷却で SMA 素子は M 変態と逆変態により 2 方向の変形をする。フループの場合には、M 変態で生じ得るひずみの大きさに対応する変形量（ストローク）だけ、SMA 素子は伸び縮みをする。しかし、サブループの場合には、SMA 素子では M 変態ひずみの大きさに対応するだけのストロークは得られない。同様に、ひずみを拘束して SMA 素子を加熱・冷却した場合に現れる回復応力の変化もサブループでは履歴に依存するので、回復力の変化はフループの場合に比べて小さくなる。したがって、回復力をアクチュエータやロボットなどの駆動力として用いる場合、サブループにおける回復力はフループの場合と同様には有効に利用できない。また、M 変態は負荷除荷および加熱冷却の速度に依存するので、ひずみおよび応力の変動は複雑である。

SMA がサブループ負荷を受ける場合、一定応力下ではひずみの変動する変態誘起クリープ変形が現れ⁽³⁵⁾、一定ひずみ下では応力の変動する変態誘起応力緩和が生じる⁽³⁴⁾。これまでの研究では、これらの現象の生じる原因が発熱（あるいは吸熱）反応であると推察されているが、試験片表面の変態帯および温度分布など実際の現象の観察に基づく検討は行われていない。一定ひずみ下においては変態の進展量が少なく、変態進展過程の観察は難しいため、これらの観察に基づく実験的研究はこれまで行われていない。SMA の実用では、機械の運動を制御するクラッチやブレーキ、油圧で駆動力を制御するアクチュエータ、および締結要素を締付ける場合などにおいては、荷重を制御する必要がある。SMA をこれらに使用する場合、応力制御における変形挙動を理解する必要がある。また、SMA を用いたこれらの場合、ある位置まで動作させその位置を保持するように制御することが多い。一定ひずみ下において変態進展条件を満たせば応力緩和および応力回復が生じ、その位置を保持するための荷重が変動する。同様に、ある位置を保持するために荷重を保持する制御をしても、上述したように、一定応力下ではひずみの変動するクリープおよびクリープ回復が生じるため、その位置の制御は難しくなる。したがって、SMA を使用したアクチュエータなどの制御を考えると、その応力-ひずみ-温度関係を理解する必要がある。SMA のサブループについての変形挙動を理解することは、サブループ負荷を受ける SMA 素子の機能特性を正しく評価し、SMA 素子を設計するために実用上非常に重要である。

繰返し動作する SMA 素子の実用において最も重要な特性が素子の使用限界を規定する疲労特性である。通常の金属における疲労特性は精力的に広範囲にわたり研究されており、破壊形態や

き裂進展挙動など多くの特性が解明されている⁽³⁶⁾⁻⁽³⁸⁾。通常の金属を機械要素として実用する場合は弾性範囲において使用される。従って、一般的な疲労試験は材料の弾性範囲内で行われる。また、実用において金属は引張り・圧縮、曲げおよびねじりの変形をすることが多いが、弾性範囲における変形であるため変形量は小さい。従って、単純な機構の疲労試験機で疲労特性を調べることが可能である。一方、SMA は通常の金属に比べると非常に大きな変形をすることが可能であるため、疲労試験機には複雑な動作が求められる。また実用されている SMA は細いワイヤや薄いテープ状の形状が多く、その試験片を疲労試験機に取り付けるためのつかみ部にも工夫が必要である。これらの要因から市販の疲労試験機では SMA の疲労試験が難しいため、SMA の疲労特性に関するデータは、世界的にも数少ない。しかし、SMA の実用において、多くの場合 SMA 素子は繰返し使用される。従って、SMA の疲労特性を解明することは SMA 素子を設計するためには非常に重要である。このために、SMA の曲げ疲労特性試験用に開発された試験機により SMA の疲労特性について研究が行われている⁽³⁹⁾⁻⁽⁴¹⁾。一方、金属の疲労特性を向上させる方法として、ショットピーニングや窒化などがある⁽⁴²⁾。これらは、材料表面に圧縮残留応力を持たせ負荷を受けた場合の引張応力を緩和し、疲労き裂進展を遅らせる効果があるために、疲労寿命は長くなる。近年、TiNi SMA に窒素イオンを注入すると表面硬さの向上することが N. Levintant-Zayonts らにより報告されている⁽⁴³⁾。このことから、TiNi SMA に窒素イオンを注入すると疲労特性の向上することが期待できる。さらに、窒素イオンの注入により TiNi SMA の表面において、人体に影響がある Ni 濃度が低下しているとも報告されており、医療応用に期待されている^{(7), (8), (10), (11), (13)-(15), (18), (19), (23)-(28), (44)}。しかし、これまでに窒素イオンを注入した TiNi SMA の疲労特性についての研究は報告されていない。このように、TiNi SMA の疲労特性におよぼす窒素イオン注入の影響は、SMA 素子の使用限界を向上させるために重要である。

1.2 本研究の目的と論文概要

本研究では、SMA の中で最も多く実用されている TiNi SMA について、薄帯材の応力制御サブグループ負荷に関する超弾性変形特性、一定応力下における変態誘起クリープおよびクリープ回復特性、一定ひずみ下における変態誘起応力緩和および応力回復特性、および窒素イオンを注入したワイヤ材の変形および疲労特性について検討する。

種々のサブグループ負荷における超弾性変形について応力制御では除荷の初期に、ひずみ制御では現れない、ひずみの増加が現れる。M 変態域でひずみが増加する場合、応力の増加するオーバーシュートおよび応力の減少するアンダーシュートは現れない。また、M 変態と逆変態の進展の違いに基づき、同じひずみにおける M 変態領域は荷重過程に比べて除荷過程の方が広がる。一定応力速度で荷重し、M 変態領域において応力を一定に保持するとひずみが増加するクリープが生じ、除荷過程の逆変態領域において応力を一定に保持するとひずみの減少するクリープ回復が

生じる。また、一定応力速度で負荷し、M 変態領域においてひずみを一定に保持すると応力が減少する応力緩和が生じ、除荷過程の逆変態領域においてひずみを一定に保持すると応力の増加する応力回復が生じる。実験では、マイクロ스코プおよびサーモグラフィにより観察した試験片表面の変態帯と温度分布の変化に基づき、種々のサブグループ負荷における超弾性変形、クリープとクリープ回復および応力緩和と応力回復の特性を明らかにする。また、クリープとクリープ回復に関しては種々の応力保持ひずみ変形特性に与える影響を調べ、応力緩和と応力回復に関しては応力速度が変形特性に与える影響について考察する。

TiNi SMA ワイヤに窒素イオンを注入し、単軸引張試験と示差走査熱量測定 (differential scanning calorimetry, 以下 DSC) により変形特性と変態温度に対する影響を明らかにし、また両振り平面曲げ疲労試験により疲労特性を明らかにする。

本論文は 8 章から構成されている。第 1 章は緒論であり、研究背景と本研究の目的を述べる。

第 2 章では、SMA の応力-ひずみ-温度関係、構成式およびサブグループ負荷のひずみ制御と応力制御における変形特性について説明する。

第 3 章では、本研究で使用する TiNi SMA 試験片および実験装置について説明する。

第 4 章では、種々のサブグループ負荷における超弾性変形特性について解明する

第 5 章では、応力制御サブグループ負荷における変態誘起クリープとクリープ回復特性を明らかにする。また、応力保持ひずみがクリープおよびクリープ回復特性に与える影響について解明する。

第 6 章では、応力制御サブグループ負荷における変態誘起応力緩和と応力回復について解明する。また、応力速度が応力緩和および応力回復特性に与える影響について明らかにする。

第 7 章では、窒素イオンを注入した TiNi SMA ワイヤの変態温度、変形および疲労特性について、DSC 試験、単軸引張試験および両振り平面曲げ疲労試験により明らかにする。

第 8 章では、本研究で得られた結論をまとめている。

参考文献

- (1) 工業材料編集部編：新素材・新材料のすべて，2006，日刊工業新聞社.
- (2) 化学技術誌 MOL 編集部編：新素材テクノロジー&アプリケーション，1986，オーム社.
- (3) 日本機械学会編：知的複合材料と知的適応構造物，1996，養賢堂.
- (4) 谷 順二：インテリジェント材料・流体システム，1999，コロナ社.
- (5) 日本機械学会編：インテリジェント技術，2001，日刊工業新聞社.
- (6) 東レリサーチセンター調査研究部編：スマート材料と高機能デバイス，2008，東レリサーチセンター調査研究部.
- (7) J. Perkins, ed. : Shape Memory Effects in Alloys, 1975, Plenum Press.
- (8) 船久保熙康編：形状記憶合金，1984，産業図書.
- (9) 清水謙一，入江正浩，唯木次男：記憶と材料；入門形状記憶材料，1986，共立出版.
- (10) 形状記憶合金用途開発委員会編：形状記憶合金とその使い方，1987，日刊工業新聞社.
- (11) 鈴木雄一：実用形状記憶合金，1987，工業調査会.
- (12) M. Doyama, S. Shigeyuki and R.P.H. Chang, eds. : Shape Memory Materials, 1988, Proceedings of the MRS International Meeting on Advanced Materials, Vol. 9, pp. 61-274.
- (13) T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel and C.M. Wayman, eds. : Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, 1990, Butterworth-Heinemann.
- (14) 田中喜久昭，戸伏壽昭，宮崎修一：形状記憶合金の機械的性質，1993，養賢堂.
- (15) C. Youyi and T. Hailing, ed. : Shape Memory Materials '94, 1994, Proceedings of the International Symposium on Shape Memory Materials, International Academic Publishers.
- (16) J.A. Shaw and S. Kyriakides : Thermomechanical Aspects of NiTi, 1995, Vol. 43, No. 8, pp. 1243-1281.
- (17) M. Fremont and S. Miyazaki : Shape Memory Alloys, 1996, Springer Wine New York.
- (18) 宮崎修一，佐久間俊雄，渋谷壽一編：形状記憶合金の特性と応用展開，2001，シーエムシー社.
- (19) 戸伏壽昭，田中喜久昭，堀川宏，松本實：形状記憶合金とその応用，2004，コロナ社.
- (20) R.C. Smith : Smart Material Systems; Model Development, 2005, Frontiers in Applied Mathematics.
- (21) K.J. Kurzydowski, B. Major and P. Zieba, eds. : Foundation of Materials Design, 2006, Research Signpost, pp. 195-240
- (22) M. Leonowicz and D. Oleszak, eds. : Smart Materials for Smart Devices and Structures, 2009, Trans Tech Publications, pp. 47-76.
- (23) C. Cismasiu, ed. : Shape Memory Alloys, 2010, Sciyo.

- (24) M. Richert, ed. : Novel Materials, Coats and Nanoengineering, 2011, Trans Tech Publications, pp. 213-230.
- (25) 大塚和弘 : 合金のマルテンサイト変態と形状記憶効果, 2012, 内田老鶴圃.
- (26) E.C. Aifantis and J. Gittus eds : Phase Transformations, 1986, Elsevier Applied Science Publishers, pp. 77-96.
- (27) Y.Y. Chu and L.C. Zhao, ed. : Shape Memory Materials and Its Applications, 2002, Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies and Shape Memory Materials (SMST-SMM 2001), Trans Tech Publications.
- (28) S. Miyazaki, ed. : SMST-2007, 2008, ASM International.
- (29) Tanaka, K., Kobayashi, S. and Sato, Y. : Thermomechanics of Transformation Pseudoelasticity and Shape Memory Effect in Alloys, 1986, International Journal of Plasticity, Vol. 2, pp. 59-72.
- (30) Raniecki, B., Lexcellent, C. and Tanaka, K. : Thermodynamic Model of Pseudoelastic Behaviour of Shape Memory Alloys, 1992, Archives of Mechanics, Vol. 44, No. 3, pp. 261-284.
- (31) Tobushi, H., Matsui, R., Takeda, K. and Pieczyska, E. A. : Mechanical Properties of Shape Memory Materials, 2013, Nova Science Pub.
- (32) Tanaka, K., Nishimura, F. and Tobushi, H. : Phenomenological Analysis on Subloops in Shape Memory Alloys Due to Incomplete Transformation, 1994, Journal of Intelligent Material Systems and Structures, Vol. 5, pp. 487-493.
- (33) Tanaka, K., Nishimura, F., Hayashi, T., Tobushi, H. and Lexcellent, C. : Phenomenological Analysis on Subloop and Cyclic Behavior in Shape Memory Alloys under Mechanical and/or Thermal Loads, 1995, Mechanics of Materials, Vol. 19, pp. 281-292.
- (34) Pieczyska, E.A., Tobushi, H., Nowacki, W.K., Gadaj, S.P. and Sakuragi, T. : Subloop Deformation Behavior of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Stress-Controlled Loadings, 2007, Materials Transactions, Vol. 48, No. 10, pp. 2679-2686.
- (35) Takeda, K., Tobushi, H. and Pieczyska, E.A. : Transformation-Induced Creep and Creep Recovery of Shape Memory Alloy, 2012, Materials, Vol. 5, pp. 909-921.
- (36) 宮長文吾 : 材料の破損とその対策, 1990, 日刊工業新聞社.
- (37) 荒木透, 堀部進 : 金属疲労の力学と組織学, 1984, 養賢堂.
- (38) 加納誠, 菊池正紀, 町田賢司 訳者 : 金属の疲労と破壊 ; 破断観察と破損解析, 1999, 内田老鶴圃.
- (39) 戸伏壽昭, 伊貝亮, 山田真也, 林萍華 : TiNi 形状記憶合金線材の回転曲げ疲労, 1996, 日本機械学会論文集, 62 巻 599 号, pp. 2355-2361.

- (40) 戸伏壽昭, 中川健一, 岩永弘之, 遠藤雅人 : TiNi 形状記憶合金線材の曲げ疲労寿命および破断面の形態に及ぼすひずみ比と雰囲気の影響, 2003, 日本機械学会論文集, 69 巻 678 号, pp. 420-426.
- (41) Furuichi, Y., Tobushi, H., Ikawa, T. and Matsui, R. : Fatigue properties of a TiNi shape-memory alloy wire subjected to bending with various strain ratios, 2003, Proc. Instn. Mech. Engrs., Vol. 217, Part L: Materials: Design and Applications, pp. 93-99.
- (42) 仁平宣弘, 三尾淳 : はじめての表面処理技術, 2012, 技術評価社
- (43) Neonila Levintant-Zayonts, S. Kucharski : Surface Characterization and Wear Behavior of Ion Implanted NiTi Shape Memory Alloy, 2009, Vacuum, Vol. 83, pp. S220-S223.
- (44) H. Tobushi, K. Mitsui, K. Takeda, K. Kitamura and Y. Yoshimi : Performance and Design of Precision-Cast Shape Memory Alloy Brain Spatula, 2012, Journal of Theoretical and Applied Mechanics, Vol. 50, No. 3, pp. 855-869.

第2章 形状記憶合金の特性

2.1 応力-ひずみ-温度関係

TiNi SMA の SME と SE の特性を表す 3 次元の応力-ひずみ-温度線図を図 2-1 に示す. 第 1 章で示した通り, SMA では大きな変形が加熱により元の形状に戻る SME や負荷した後除荷のみで大きな変形が元の形状に戻る SE が現れる. これらの特性は SMA の変態温度に依存する. 図 2-1 の A_s および A_f は逆変態開始と終了温度を示す. 逆変態終了温度 A_f 以下の温度領域において, 負荷すると見掛け上の塑性変形が現れ, 除荷後に残留ひずみが現れる. この残留ひずみは, 無応力下で A_f 以上の温度に加熱することにより消滅するために, 元の形状に回復する. この SME を利用した応用例としては, パイプ継手, ロボットおよびアクチュエータなどの駆動素子がある⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾. 一方, 逆変態終了温度 A_f 以上の温度では, 負荷により生じたひずみが除荷のみで回復する SE が現れる. 実用を考慮すると, A_f 点を常温以下に設定し, 常温で SE を示すようにした SE 材が応用されている. SE 材では, 応力-ひずみ曲線において負荷除荷で大きなヒステリシスループが観察される. ヒステリシスループで囲まれる面積は, 単位体積当たりの散逸仕事を示す. SMA の SE による散逸仕事は大きいので, 衝撃荷重および振動のエネルギー吸収と振動による耐損傷能力に優れている. 一方, 応力-ひずみ曲線の除荷曲線下側の面積は, 単位体積当たりの回復可能なひずみエネルギー量を示す. 逆変態における応力水平段の応力レベルは高い値を示すので, SE による回復可能なひずみエネルギー量は大きく, 高いエネルギー貯蔵能力を備えていることが分かる. これらの特性により, SE 材は携帯電話のアンテナ芯線, 歯列矯正ワイヤー, メガネフレームおよび免震装置などに応用されている. SMA を応用するにあたって, その変形特性を知ることが重要であり, これらの特性は応力, 温度および変形履歴に影響される.

2.2 構成式および変態進展条件

SMA の力学的特性を評価するためには構成式が必要である. これまでに SMA の構成式については, 相変態を伴う熱・力学現象を表すために多くの研究が行われている⁽⁶⁾⁻⁽¹¹⁾. ここでは, SMA の応力-ひずみ-温度関係を表す構成式として, 田中らにより提案され広く用いられている単軸応力下における構成式を次式に示す^{(12), (13)}.

$$\dot{\sigma} = E\dot{\varepsilon} + \Theta\dot{T} + \Omega\dot{\xi} \quad (2.1)$$

$$\xi = \Xi(\sigma, T) \quad (2.2)$$

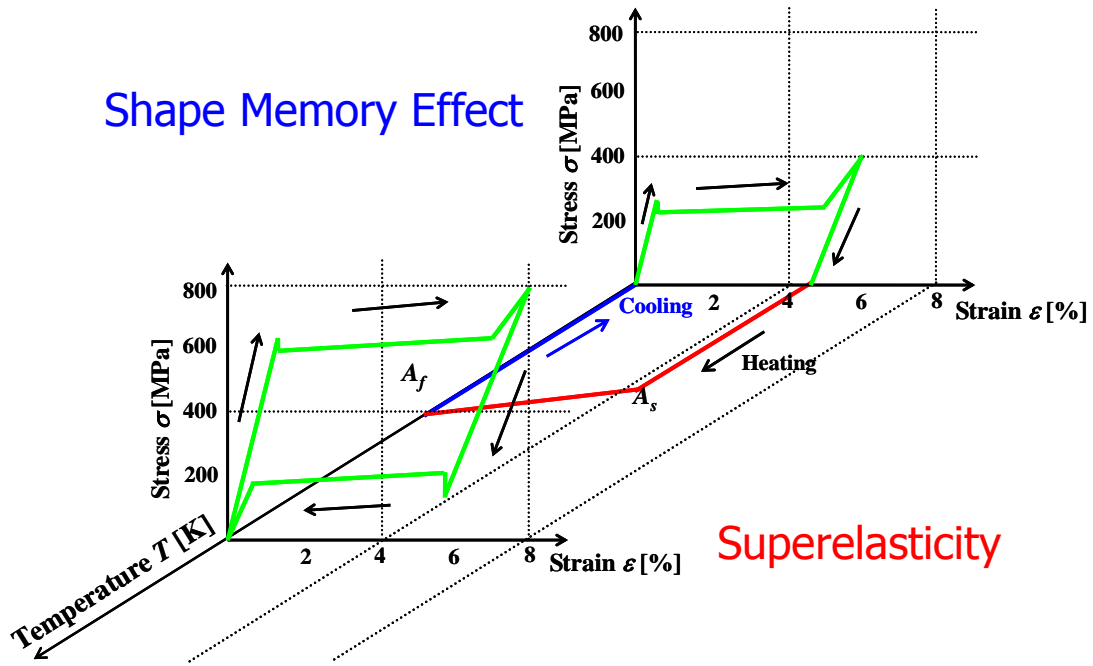


Fig. 2-1 Three-dimensional stress-strain-temperature diagram showing the shape memory effect and superelasticity of a TiNi SMA deformed below A_s and above A_f

ここで σ , ε , T は応力, ひずみ, 温度をそれぞれ表す. E は弾性係数, Θ は熱弾性係数, Ω は変態ひずみに関する係数である. ξ は M 相の体積分率を表す. したがって, オーステナイト (austenite, A) 相の分率は $1-\xi$ である. 文字上のドットは時間微分を表す.

式 (2.1) は力学的挙動を支配する構成式を表す. 式 (2.2) は変態の進行程度を規定する方程式であり変態カイネティクスと呼ばれる. 式 (2.2) で変態の開始と終了の条件は, $\xi=0$ および $\xi=1$ であり,

$$\Xi(\sigma, T) = 0 \quad (2.3)$$

$$\Xi(\sigma, T) = 1 \quad (2.4)$$

となる. 式 (2.3) が M 変態の開始条件および逆変態の終了条件, 式 (2.4) が M 変態の終了条件および逆変態の開始条件をそれぞれ与える. 式 (2.2) の具体形として次式を考える.

$$\frac{\dot{\xi}}{1-\xi} = b_M C_M \dot{T} - b_M \dot{\sigma} \geq 0 \quad (2.5)$$

$$-\frac{\dot{\xi}}{\xi} = b_A C_A \dot{T} - b_A \dot{\sigma} \geq 0 \quad (2.6)$$

ここで b_M , C_M , b_A および C_A は材料定数である. 式 (2.5) は M 変態に関する関係式であり, 式 (2.6) は逆変態に関するものである.

材料定数が一定であると仮定して積分すると, 式 (2.5) および式 (2.6) はそれぞれ

$$\xi = 1 - \exp\{b_M C_M (M_s - T) + b_M \sigma\} \quad (2.7)$$

$$\xi = \exp\{b_A C_A (A_s - T) + b_A \sigma\} \quad (2.8)$$

となる. ここで, M_s と A_s は無応力下での M 変態と逆変態の開始温度を表す. 式 (2.7) において M 変態の開始線と終了線は

$$\sigma = C_M (T - M_s) \quad (2.9)$$

$$\sigma = C_M (T - M_s) - 2 \ln 10 / b_M \quad (2.10)$$

となり, 傾き C_M の直線となる. 式 (2.8) から逆変態の開始線と終了線は

$$\sigma = C_A (T - A_s) \quad (2.11)$$

$$\sigma = C_A (T - A_s) - 2 \ln 10 / b_A \quad (2.12)$$

となり, 傾き C_A の直線となる. ここで M 変態は $\xi = 0.99$ で終了とする. 式 (2.9) ~ (2.12) より変態線と変態域とが規定される. 応力-温度平面で表すと図 2-2 のように変態線はそれぞれ直線 M_S , M_F , A_S , A_F になる. 変態域はそれぞれの開始線と終了線とで挟まれた部分になる.

式 (2.5) において, $b_M < 0$ であるため, M 変態の進展条件は

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma}{dT} &\geq C_M : \quad \text{for } dT > 0 \\ \frac{d\sigma}{dT} &\leq C_M : \quad \text{for } dT < 0 \end{aligned} \quad (2.13)$$

となる. 式 (2.6) において, $b_A > 0$ であるため, 逆変態の進展条件は

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma}{dT} &\leq C_A : \quad \text{for } dT > 0 \\ \frac{d\sigma}{dT} &\geq C_A : \quad \text{for } dT < 0 \end{aligned} \quad (2.14)$$

となる．式 (2.13) の条件を満たす場合に M 変態は進展し，式 (2.14) の条件を満たす場合に逆変態は進展する．応力-温度平面で表すと図 2-2 の色付きの領域が変態の進展範囲になる．例えば点 A および点 B において一定温度での負荷および除荷を行なった場合，式(2.13)および式(2.14)を満たす条件は図中の負荷①および除荷③の経路になり，この条件を満たす場合に各変態は進展する．一定応力下で加熱・冷却を行なう場合，図中の冷却②および加熱④により M 変態および逆変態はそれぞれ進展する．

次に変態途中のサブループにおける変態の進展条件を図 2-3 に示す．図 2-3 において点 A および点 B は M 変態および逆変態中の状態にあり，それぞれの点における M 相の体積分率を ξ_A および ξ_B とする．図中の破線 M_A および A_B はそれぞれ分率が ξ_A および ξ_B となる状態を表す．式 (2.13) および式 (2.14) で規定される変態の進展条件は，図 2-3 の点 A および点 B から矢印で示される方向に応力および温度が変化することである．

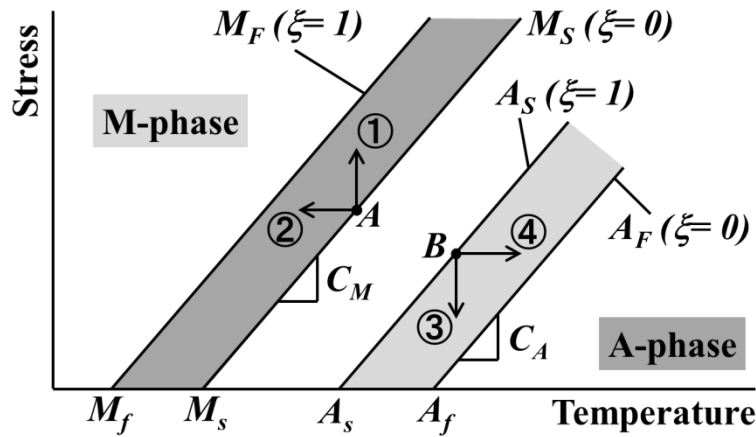


Fig. 2-2 Transformation lines on the stress-temperature phase diagram

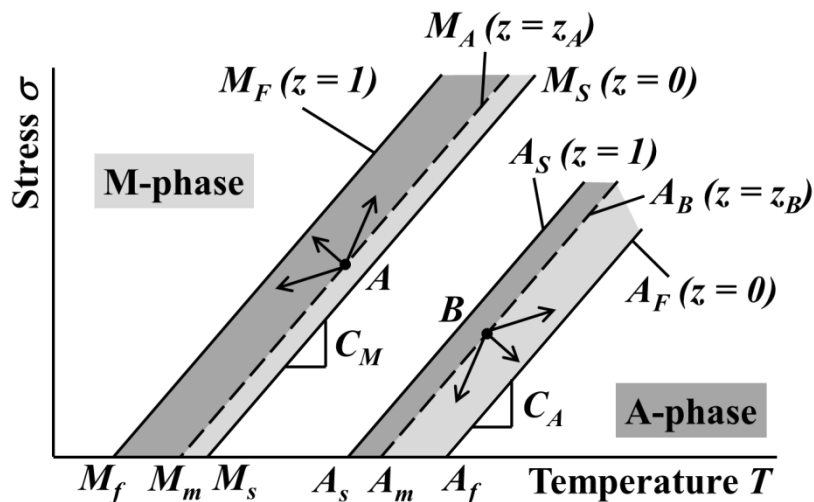


Fig. 2-3 Conditions for progress of the MT and the reverse transformation in the subloop loadings on the stress-temperature phase diagram

2.3 サブルーブ負荷のひずみ制御と応力制御における変形特性

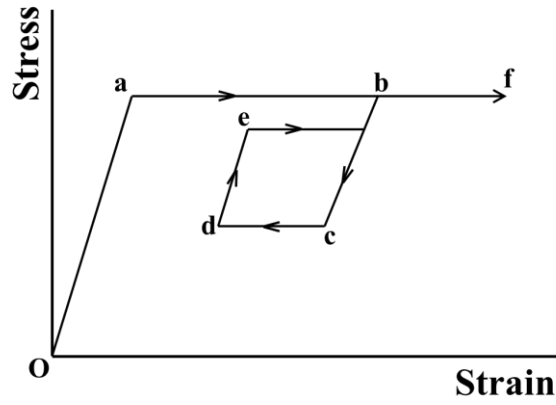
一定の低ひずみ速度と高ひずみ速度で制御した場合および応力速度一定で制御した場合のサブグループ負荷における超弾性の応力-ひずみ線図を図 2-4 (a), (b)および(c)にそれぞれ示す^{(14), (15)}.

図 2-4 (a)に示すように、一定の低ひずみ速度のサブグループで負荷除荷した場合、点 b から除荷し点 d から再負荷すると点 e において最初の上部応力水平段の応力より少し低い応力で M 変態による応力水平段が現れ、その後点 b を通り、回帰点記憶 (return point memory) が現れる⁽¹⁴⁾⁻⁽¹⁶⁾.

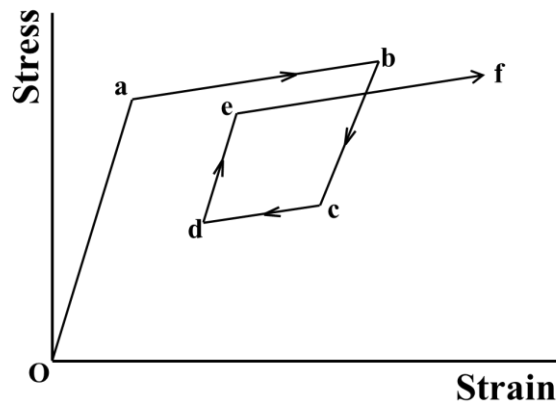
図 2-4 (b)に示すように、一定の高ひずみ速度のサブグループで負荷除荷した場合、点 a から点 b において応力誘起マルテンサイト変態 (stress-induced martensitic transformation, SIMT) による発熱反応により温度が上昇し、応力は高くなる. その後点 b より除荷し点 d より再負荷すると点 e で SIMT が開始し、その後の再負荷曲線は点 b を通らないため回帰点記憶は現れない.

図 2-4 (c)に示すように、一定応力速度のサブグループで負荷除荷した場合、点 A から点 B の負荷過程においては、図 2-4 (b)と同様に温度が上昇し応力は高くなる. 点 B からの除荷においては、周囲空気により冷却されるため上昇した温度は降下する. このため、2.2 節で示した M 変態の進展条件が満たされ点 B から点 C の間では除荷しているにも関わらずひずみは増加し、ひずみのオーバーシュートが現れる. 点 D から点 E の間では逆変態により温度が降下し、点 E から点 F の再負荷過程においては周囲空気により降下した温度が上昇する. このため、2.2 節で示した逆変態の進展条件が満たされ点 E から点 F の間では負荷しているにも関わらずひずみは減少し、ひずみのアンダーシュートが現れる⁽¹⁴⁾. その後の再負荷における変態域の曲線は点 G から点 H を通り、除荷開始点 B を通らないため回帰点記憶は現れない.

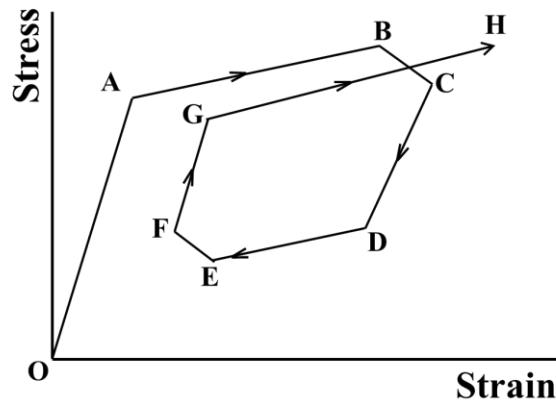
上述のように、応力制御のサブグループにおいては、ひずみ制御では現れないひずみのオーバーシュートおよびアンダーシュートが除荷と再負荷の初期において現れる. このようにひずみ制御と応力制御のサブグループ負荷において材料の変形挙動は異なるので、荷重を制御する SMA 素子进行設計するためには、応力制御のサブグループにおける変形挙動を理解する必要がある. 本論文ではその中でも、サブグループ負荷において、あるひずみで応力を保持した場合に生じる変態誘起クリープとクリープ回復およびあるひずみでそのひずみを保持した場合に生じる変態誘起応力緩和と応力回復特性について解明する.



(a) Constant low strain



(b) Constant high strain rate



(c) Constant stress rate

Fig. 2-4 Stress-strain diagrams in the subloop strain-controlled and stress-controlled loadings under different loading rates

参考文献

- (1) 戸伏壽昭, 田中喜久昭, 堀川宏, 松本實 : 形状記憶合金とその応用, 2004, コロナ社.
- (2) 鈴木雄一 : 実用形状記憶合金, 1987, 工業調査会.
- (3) 村上陽太郎編 : 形状記憶合金とその使い方, 1987, 日刊工業新聞社.
- (4) T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel and C.M. Wayman, eds. : Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, 1990, Butterworth-Heinemann.
- (5) C. Cismasiu, ed. : Shape Memory Alloys, 2010, Sciyo.
- (6) D.C. Lagoudas, ed. : Shape Memory Alloys; Modeling and Engineering Applications, 2008, Springer.
- (7) 池田忠繁 : 一次元相変態モデルを使った形状記憶合金の引張-ねじり変形挙動解析, 2006, 日本機械学会 M&M2006, pp. 79-80.
- (8) M. Kawai, H. Ogawa, V. Baburaj and T. Koga : Multiaxial constitutive modelling for R-phase and M-phase Transformations of TiNi Shape Memory Alloys, 1999, Arch. Mech., Vol. 51, No. 6, pp. 665-692.
- (9) M. Tokuda, M.Ye, B. Bundara and P. Sittner : Three-Dimensional Constitutive Equations of Polycrystalline Shape Memory Alloy, 1999, Arch. Mech., Vol. 51, No. 6, pp. 847-864.
- (10) 日本機械学会編 : 相変態と材料挙動の数値シミュレーション, 1991, コロナ社.
- (11) Oliver Kastner : First Principles Modelling of Shape Memory Alloys; Molecular Dynamics Simulations, 2012, Springer.
- (12) K. Tanaka, S. Kobayashi and Y. Sato : Thermomechanics of Transformation Pseudoelasticity and Shape Memory Effect in Alloys, 1986, Inter. J. Plasticity, Vol. 2, pp. 59-72.
- (13) 田中喜久昭, 佐藤善雄 : 形状記憶合金の力学的挙動に関する現象論, 1987, 日本機械学会論文集 (A 編), 53 巻 491 号, pp. 1368-1373.
- (14) E.A. Pieczyska, H. Tobushi, W.K. Nowacki, S.P. Gadaj and T. Sakuragi, Subloop Deformation Behavior of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Stress-Controlled Loadings, 2007, Materials Transactions, Vol. 48, No. 10, pp. 2679-2686.
- (15) K. Takeda, H. Tobushi, K. Miyamoto and E.A. Pieczyska, Superelastic Deformation of TiNi Shape Memory Alloy Subjected to Various Subloop Loadings, 2012, Materials Transactions, Vol. 53, No. 1, pp. 217-223.
- (16) B. Raniecki, C. Lexcellent and K. Tanaka, Thermodynamic Model of Pseudoelastic Behaviour of Shape Memory Alloys, 1992, Archives of Mechanics, Vol. 44, No. 3, pp. 261-284.

第3章 試験片および実験装置

3.1 供試材および試験片

超弾性試験，クリープ試験および応力緩和試験に用いた試験片の供試材は（株）古河テクノマテリアル製の室温で超弾性を示す多結晶 Ti-50.95at%Ni SMA 薄帯材であった．材料の厚さは2種類あり，0.35 mm と 0.7 mm，幅はそれぞれ 10 mm であった．示差走査熱量計（differential scanning calorimetry, DSC）で求めた材料の R 相（rhombohedral phase）変態開始と終了の温度 R_s , R_f および逆変態開始と終了の温度 A_s , A_f はそれぞれ 279 K, 245 K, 254 K, 281 K であった．この供試材の厚さ 0.7 mm の材料から試験片を長さ 120 mm と 170 mm に切り出して超弾性試験を行った．

また，厚さ 0.35 mm の材料から試験片を長さ 170 mm に切り出してクリープ試験および応力緩和試験を行った．試験片はそれぞれ一様形状の薄帯材であった．超弾性試験における標点距離は試験片のつかみ部間の長さで 50 mm と 100 mm の2種類であり，標点間のアスペクト比（縦横比）はそれぞれ 5 と 10 であった．クリープ試験および応力緩和試験における標点距離は試験片のつかみ部間の長さで 100 mm であった．表 3-1 に超弾性試験，クリープ試験および応力緩和試験で用いた試験片形状をそれぞれ示す．変態帯を観察するそれぞれの試験片表面には 2000 番のエメリー紙により鏡面加工を施した（図 3-1）．サーモグラフィによる温度分布を観察する試験片表面には蝋燭の煤を様に薄く付着させた（図 3-2）．この蝋燭の煤は試験片作製工程において付着させており，煤の発生を促すための板を介して試験片に蝋燭の煤を付着させた．したがって，蝋燭の炎が直接試験片に触れることなく，試験片から十分離れた位置より煤を付着させたため，蝋燭の煤を付着させる時の熱の影響は無い．このようにして作製した試験片を試験機に取付け実験を行った．したがって，試験片の初期温度は雰囲気温度と同じであった．

疲労試験において用いた試験片の供試材は（株）古河テクノマテリアル製の多結晶 Ti-50.85at%Ni 形状記憶合金ワイヤであり，室温において超弾性を示す．直径は 0.5 mm であった．この供試材から試験片を長さ 80 mm に切り出した．疲労試験における試験片のつかみ部間の長さは 30~40 mm であった．この切り出したワイヤを図 3-3 に示すように治具で固定し，図 3-4 に示すように対向する2方向から 50 keV の加速エネルギーで窒素イオンを注入した．窒素イオン注入量の合計は $5 \times 10^{16} \text{ J/cm}^2$ と $1 \times 10^{18} \text{ J/cm}^2$ であった．表 3-2 に疲労試験に用いた試験片形状を示す．

Table 3-1 Specimen geometry of TiNi SMA tape for superelastic test, creep test and relaxation test

Test condition	Width [mm]	Thickness [mm]	Gauge length [mm]
Superelastic test	10	0.7	50
			100
Creep test	10	0.35	100
Relaxation test	10	0.35	100

Table 3-2 Specimen geometry of TiNi SMA wire for fatigue test

	Diameter [mm]	Length [mm]
Fatigue test	0.5	80

3.2 実験装置

3.2.1 引張試験機

引張試験には、形状記憶合金特性試験装置（株）島津製作所製 EZ Graph）を用いた。これは、引張試験機と加熱冷却装置とから構成されている。

超弾性試験、クリープ試験および応力緩和試験において、試験片表面の変態帯と温度変化を観察するために、変態帯の観察にはデジタルカメラ（三洋（株）製 DMX-HD2）および動き解析マイクロスコープ（（株）キーエンス製 VW-6000）を用い、試験片表面の変態による発熱吸熱に基づき生じる温度変化は赤外線サーモグラフィ（日本アビオニクス（株）製 Thermo Tracer H2600）を用いて測定した。また、試験結果の整理において、応力とひずみはそれぞれ公称応力と公称ひずみで定めた。したがって、ひずみ速度と応力速度はそれぞれ変位速度と荷重速度に対応する。

窒素イオン注入を施した TiNi SMA ワイヤの引張試験には、標点間距離 50 mm の伸び計を用い、変位を測定した。

3.2.2 両振り平面曲げ疲労試験機

疲労試験には SMA の曲げ疲労特性試験用に開発された両振り平面曲げ疲労試験機⁽¹⁾を用いた。図 3-5 に試験機の概略図を示す。この試験機は、モータ⑤の回転運動を左右に配置したクランク⑦および試験片両側のクランク⑧に伝えることにより、繰返しの両振り平面曲げを与える機構である。ひずみ振幅 ε_a の調整は、つかみ部②の長さやクランク⑦の取付け位置を変化させることに

より行った。また、曲げによる残留ひずみが生じて安定した両振り平面曲げを試験片に与えることができるように、片側のつかみ部では試験片を完全に固定せず、チャック部の案内の中を軸方向に自由に往復運動できる機構とした。破断繰返し数はプーリの回転をセンサによって読取りカウンタに表示させた。疲労破断面観察には（株）キーエンス製の動き解析マイクロスコープVW-6000を用いた。



Fig. 3-1 Photograph of specimen after mirror-like finishing process



Fig. 3-2 Photograph of specimen with covered by soot obtained from bees wax

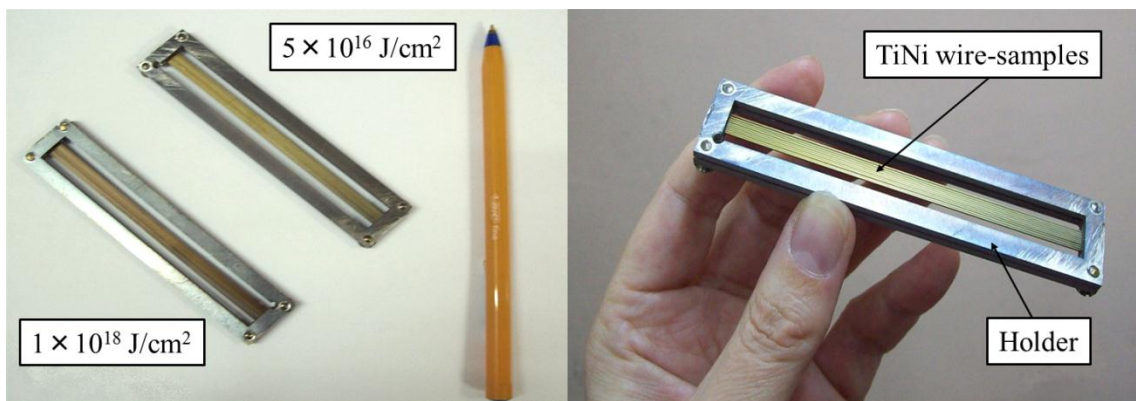


Fig. 3-3 Photograph of ion implanted NiTi SMA wires in special holder

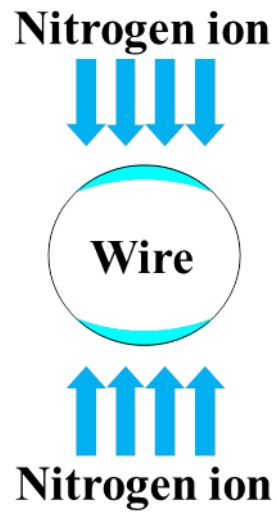
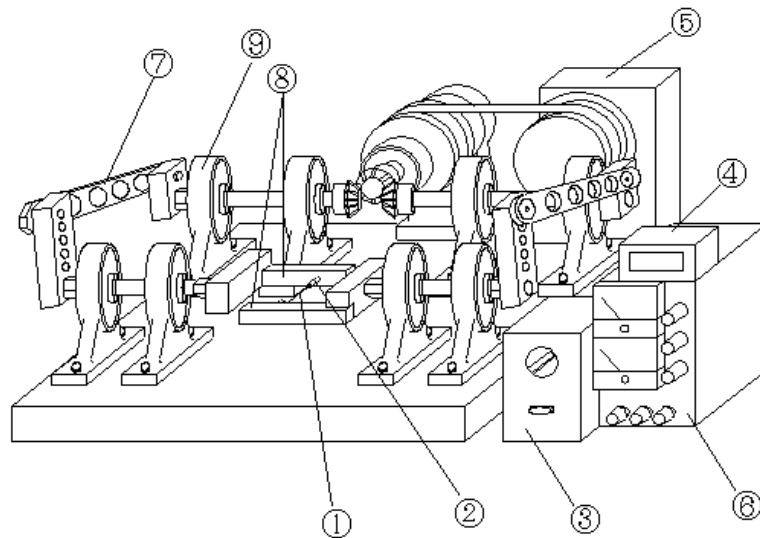


Fig. 3-4 Direction of nitrogen ion implantation



- | | |
|--------------------|----------------|
| ① Specimen | ⑥ Power source |
| ② Grip | ⑦ Crank 1 |
| ③ Speed controller | ⑧ Crank 2 |
| ④ Cycle counter | ⑨ Bearing |
| ⑤ Motor | |

Fig. 3-5 Experimental apparatus for alternating-plane bending fatigue test

参考文献

- (1) Furuichi, Y., Tobushi, H., Ikawa, T. and Matsui, R. : Fatigue properties of a TiNi shape-memory alloy wire subjected to bending with various strain ratios, 2003, Proc. Instn. Mech. Engrs., Vol. 217, Part L: Materials: Design and Applications, pp. 93-99.

第4章 サブルーブ超弾性変形

4.1 緒言

第1章で述べたように、SMAのM変態に伴う変形特性は複雑であり、その変形特性はひずみ、応力、温度の変化およびこれらの履歴に依存する⁽¹⁾⁽²⁾。これまでの多くの研究はM変態および逆変態が完了するフルループ（完全ループとも呼ばれる）について行われている。実用においてはひずみ、温度および応力は種々に変動する。M変態が完了しない範囲でひずみ、温度や応力が変動するサブループ（部分ループあるいは内部ループとも呼ばれる）の負荷を受ける場合、フルループで規定されるM変態の開始と終了の条件は満たされない。このため、M変態と逆変態の進展はそれまでのひずみ、温度と応力の履歴に依存して変化する⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。フルループの場合には、M変態で生じ得るひずみの大きさに対応する変形量（ストローク）だけ、SMA素子は伸び縮みをする。しかし、サブループの場合には、SMA素子ではM変態ひずみの大きさに対応するだけのストロークは得られない。同様に、ひずみを拘束してSMA素子を加熱・冷却した場合に現れる回復応力の変化もフルループの場合に比べて小さくなり、アクチュエータやロボットなどの駆動力として規格通りに有効に利用できなくなる可能性がある。また、M変態は負荷除荷の速度に依存し、ひずみの変動が複雑であり、一定応力下でもひずみが増加するクリープ変形挙動が生じるので、SMAを使用したアクチュエータなどの制御を考えるとその応力-ひずみ-温度関係を理解する必要がある。これらのことから明らかなように、SMAのサブループについての変形挙動を理解することは、サブループ負荷を受けるSMA素子の機能特性を正しく評価し、SMA素子を設計するために実用上非常に重要である。したがって、本章の研究においては、SMAの中で最も多く実用されているTiNi SMAについて、薄板材の単軸引張試験により超弾性変形の種々のサブループ挙動を検討し、SMA素子の実用上重要な(1) 負荷・除荷のサブループ負荷を受ける変形の負荷速度依存性、(2) M変態域において一定応力下で生じる変態誘起クリープ変形の特徴および(3) M変態域でひずみが増加する場合のサブループ超弾性変形の特徴について解明する。

4.2 実験方法

次の3種類のサブループ負荷に関して単軸引張試験を室温の大気中で行った。実験中、試験片表面の変態帯と温度分布を観察した。

- (i) 応力-ひずみ曲線における上部応力水平段のひずみ8%までの負荷に関して、ひずみ速度一定および応力速度一定の下で負荷除荷試験を行い、負荷速度が異なる場合のサブループ変形挙動を調べた。

- (ii) 応力速度一定で上部応力水平段のひずみ 2 %まで負荷し，その後応力を一定に保持する試験を行い，クリープ変形挙動を調べた。
- (iii) ひずみ速度一定で上部・下部の応力水平段においてひずみが繰返し変動する試験を行い，サブグループ変形挙動を調べた。

4.3 実験結果および考察

4.3.1 サブルーブ超弾性変形の負荷速度依存性

(1) 一定ひずみ速度下での変形

一定のひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ および $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を図 4-1 に示す。図 4-1 からわかるように，負荷除荷で応力-ひずみ曲線はヒステリシスループを描き，除荷過程においてひずみの回復する超弾性特性を示す。低ひずみ速度の場合，負荷および除荷過程においてそれぞれ応力誘起 M 変態と逆変態による上部と下部の応力水平段が現れる。高ひずみ速度の場合，変態域での曲線の傾きが大きく，M 変態および逆変態の開始と終了の点が明瞭でなくなる。ひずみ速度が高い場合，負荷過程においては M 変態により温度が高くなり，M 変態の進展に必要な上部水平段の応力より高い応力が必要になる⁽⁶⁾。一方，ひずみ速度が高い場合の除荷過程においては，逆変態の進展には下部水平段の一定の応力からの減少が必要である。これらのために，負荷過程においても除荷過程においてもひずみ速度が高い場合には変態域における曲線の傾きは大きくなる。変態域における応力-ひずみ曲線の傾きのひずみ速度依存性は，ひずみ速度が $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ より高い場合にも成立する⁽⁶⁾⁽⁹⁾。

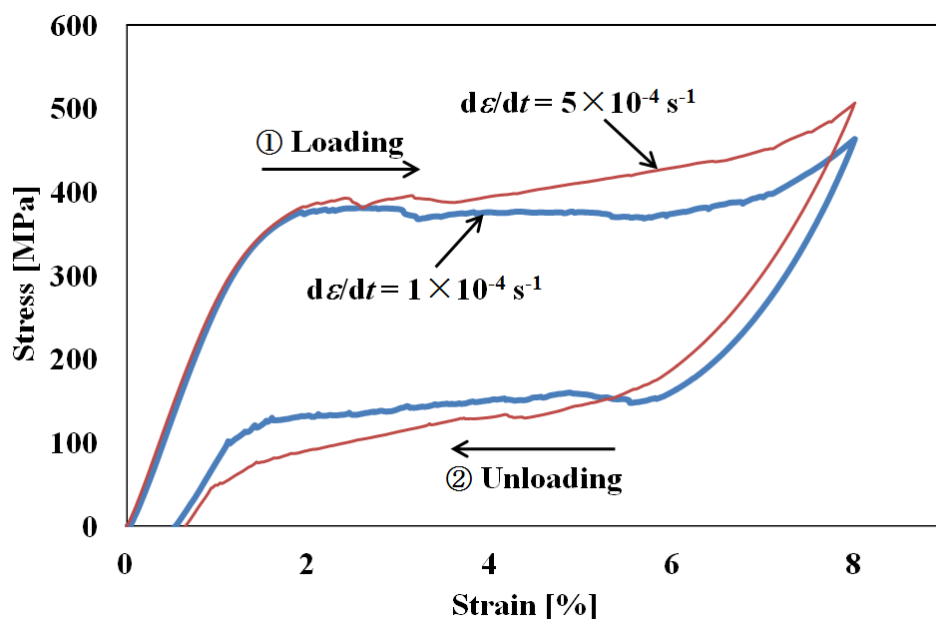


Fig. 4-1 Stress-strain curves under $d\varepsilon/dt = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and $d\varepsilon/dt = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

(2) 一定応力速度下での変形

一定の応力速度 0.5 MPa/s および 5 MPa/s の引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を図 4-2 に示す。図 4-2 からわかるように、負荷除荷で応力-ひずみ曲線はヒステリシスループを描き、超弾性特性を示す。応力水平段での曲線の傾きは、応力速度が高い方が大きい。低応力速度でひずみ 8 % の点 A_1 から除荷した場合、除荷過程の初期においてひずみは点 B_1 の 8.67 % まで増加し、その後点 B_1 から逆変態開始点 C_1 まで弾性変形によりひずみは減少する。除荷過程の初期においてひずみが増加する現象は、点 A_1 までの負荷過程において M 変態により温度が上昇し、除荷において温度が減少するために、M 変態が進展する条件が満たされ、ひずみが増加することにより現れる⁽³⁾⁽⁵⁾。応力速度が高い場合、点 A_2 からの除荷において応力の減少速度が高いために、M 変態によるひずみの増加は小さく、M 変態ひずみの増加分と弾性ひずみの減少分とがほぼ等しくなる。この結果、点 B_2 までほぼ一定のひずみで応力が減少し、その後は点 C_2 まで弾性的にひずみが減少する。

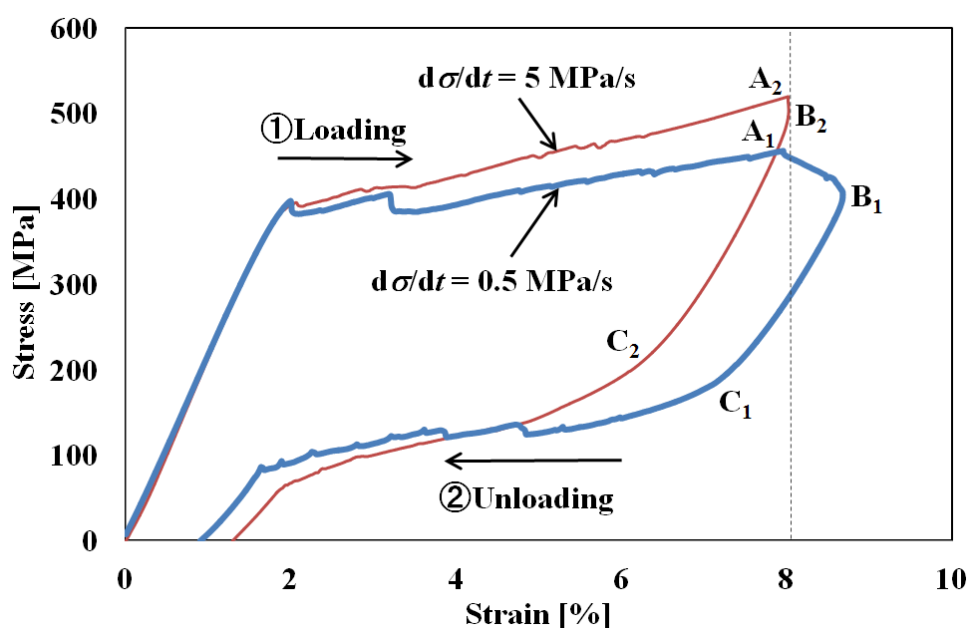


Fig. 4-2 Stress-strain curves under $d\sigma/dt = 0.5$ MPa/s and $d\sigma/dt = 5$ MPa/s

(3) 変態帯の進展挙動

応力速度 0.5 MPa/s の引張試験で得られたデジタルカメラによる試験片表面の写真を図 4-3 と図 4-4 に示す。図 4-3 (a) は撮影した生の写真であり、図 4-3 (b) と図 4-4 では M 変態で生じた帯 (MT band) を紺色で示した。図 4-3 と図 4-4 に示す変態領域に関して、変態帯の進展状態は実際に肉眼で直接観察すると試験片の表面全体で明瞭に見えるが、図 4-3 (a) に示すようにモノクロで印刷した写真では試験片表面全体での変態帯は明瞭には見え難くなる。このため、図 4-3 (b) に示すように M 相の変態領域を紺色で示した。図 4-3 (a) と図 4-3 (b) の比較からわかるように、変態領域を着色することによりモノクロの印刷でも変態領域が明瞭に見えるようになる。図 4-4 からわかるように、リュウダース帯と類似な M 変態による変態帯が一定の傾き角で両端から発生し、中央に向かって進展する。ひずみ 8% から除荷した場合、除荷過程の初期においてひずみ 8.67% まで変態帯は進展する。除荷過程では中央部の変態帯の境界から両端に向かって変態帯は縮小する。負荷過程と除荷過程の同じひずみで変態帯の大きさを比較すると、M 相の変態領域は除荷時の方が広い。

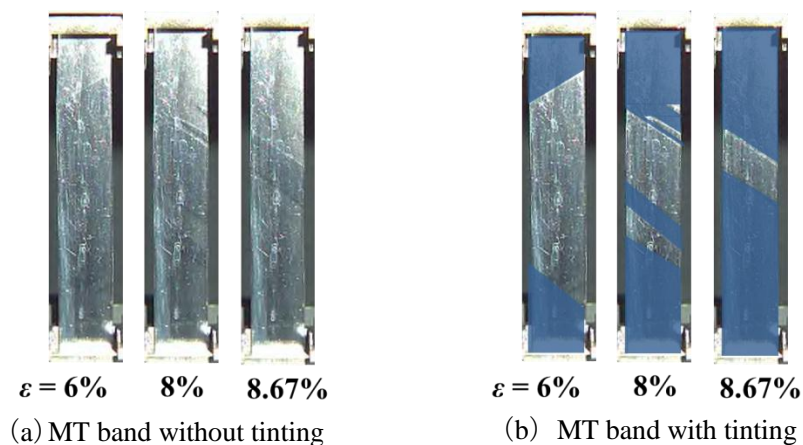


Fig. 4-3 Photographs of surface on the specimen at several strains ε without tinting and with green tinting

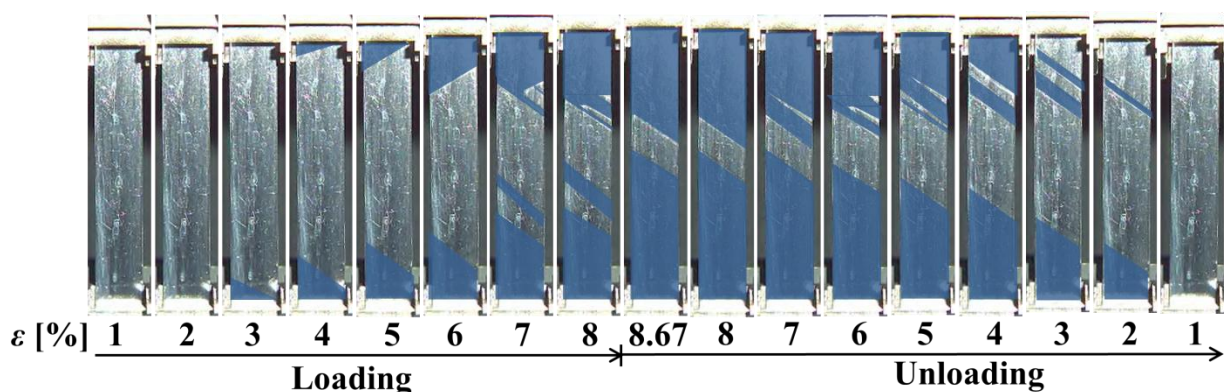


Fig. 4-4 Photographs of surface on the specimen at various strains ε under stress rate of 0.5 MPa/s

4.3.2 変態誘起クリープ変形

(1) ひずみの挙動

0.5 MPa/s の応力速度で応力水平段のひずみ 2 % まで負荷した後に応力を一定に保持するように制御する単軸引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を図 4-5 に示す。また、ひずみと時間の関係を図 4-6 に示す。図 4-5 からわかるように、一定応力速度の負荷においてひずみ 1.3 % (点 A) で応力誘起 M 変態が開始する。ひずみ 2 % (点 B) で応力を一定に保つ様に制御すると、応力は少し変動し、ひずみ 3.5 % (点 C) 以降は 438 MPa で一定になり、ひずみは約 8 % (点 D) まで増加する。応力一定下でひずみの生じる現象は、通常のクリープ変形と類似している。この場合、ひずみ 2 % までの負荷において応力誘起 M 変態により温度が上昇し、その後は一定応力下で温度が降下する。このため、M 変態の進展条件が満たされ、ひずみが増加する⁽³⁾⁽⁵⁾。図 4-5 と図 4-6 からわかるように、ひずみ 1.3 % で M 変態が開始すると、ひずみの増加割合が大きくなる。また、ひずみが 2 % から 3.5 % までの間に応力は少し変動し、ひずみは急速に増加する。ひずみ 3.5 % 以降では応力が一定になり、ひずみはほぼ一定の速度 $6.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ で増加する。ひずみは約 8 % まで増加し、その後は一定になる。

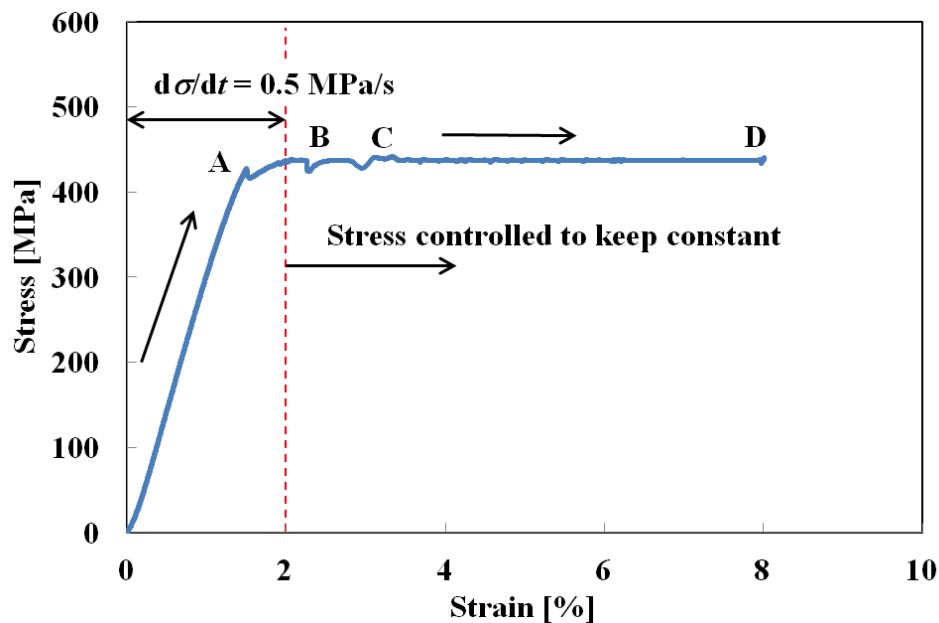


Fig. 4-5 Stress-strain curve under stress rate of $d\sigma/dt = 0.5 \text{ MPa/s}$ till strain of 2 % followed by constant stress

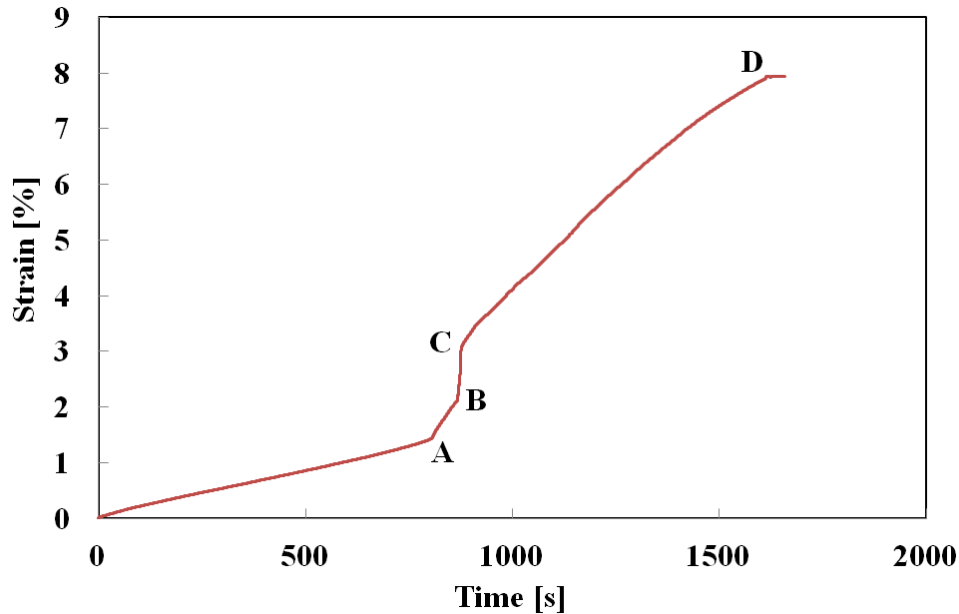


Fig. 4-6 Change in strain with lapse of time in creep test

(2) ひずみの進展特性

サーモグラフィにより得られた試験片表面の温度分布を図 4-7 に、デジタルカメラによる試験片表面の変態帯を示す写真を図 4-8 に示す。

図 4-7 のサーモグラフィによる温度分布からわかるように、ひずみ 2% までの負荷により試験片両端から発熱反応の M 変態帯が発生する。その後、ひずみ 2% からは応力を一定に保つ様に制御すると M 変態帯は中央に向かって進展し、両端からの M 変態帯がひずみ 7.9% で合体して M 変態は完了する。応力保持過程でのひずみ 3% で M 変態により発熱している部分はひずみ 4% では周囲空気により温度降下している。この温度降下により M 変態は進展し、新たに M 相に変態した場所からまた変態熱を発生する。ひずみ 4% 以降もこの温度降下により連鎖的に M 変態域が伝播するために、クリープ変形が現れる。

図 4-8 に示す試験片表面の写真においては、図 4-4 と同様に変態帯の進展状況を分り易くするために、M 相領域を紺色で示した。図からわかるように、両端で発生した M 変態帯は、一定応力保持下において中央部に向かって進展する。ひずみ約 8% で全面が M 相になり、ひずみの増加は止まる。図 4-5 からわかるように、両端から進展する M 変態帯が合体し、ひずみの進展が止まる（点 D）と応力は 5 MPa 減少する。図 4-8 の写真で示した試験片表面のすべての変態帯は、試験片の裏側表面の同じ位置にも現れる。したがって、変態帯は薄い試験片の表面だけでなく、横断面内の全体に生じていると考えられる。このため、変態帯の表面における面積割合は M 相の体積割合に等しくなる。このように、M 相の体積分率を表面の変態帯の面積割合から求めた。M 相の体積

分率とひずみとの関係を図 4-9 に示す. 図 4-9 からわかるように, M 相の体積分率はひずみの増加に比例して増加する.

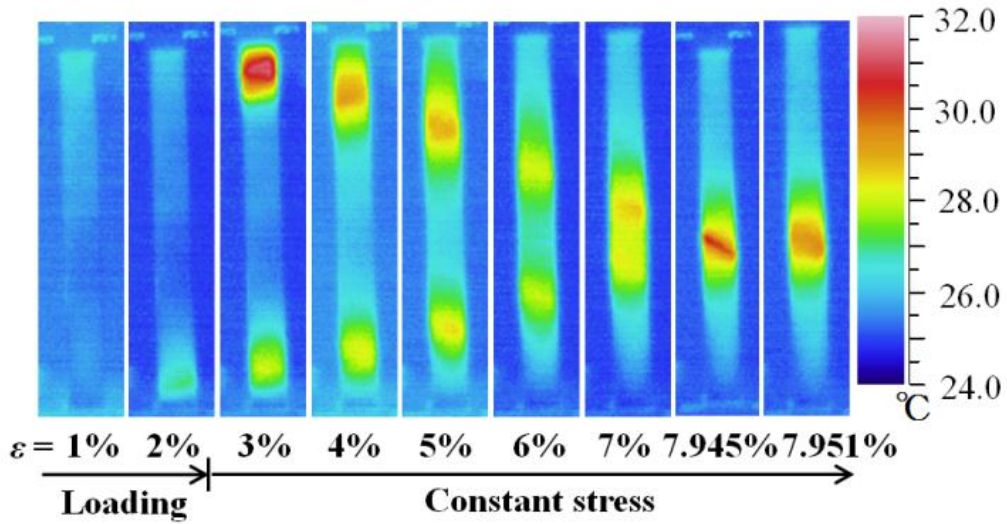


Fig. 4-7 Thermograms of temperature distribution of surface on the specimen under $d\sigma/dt = 0.5$ MPa/s till strain ϵ of 2 % followed by constant stress

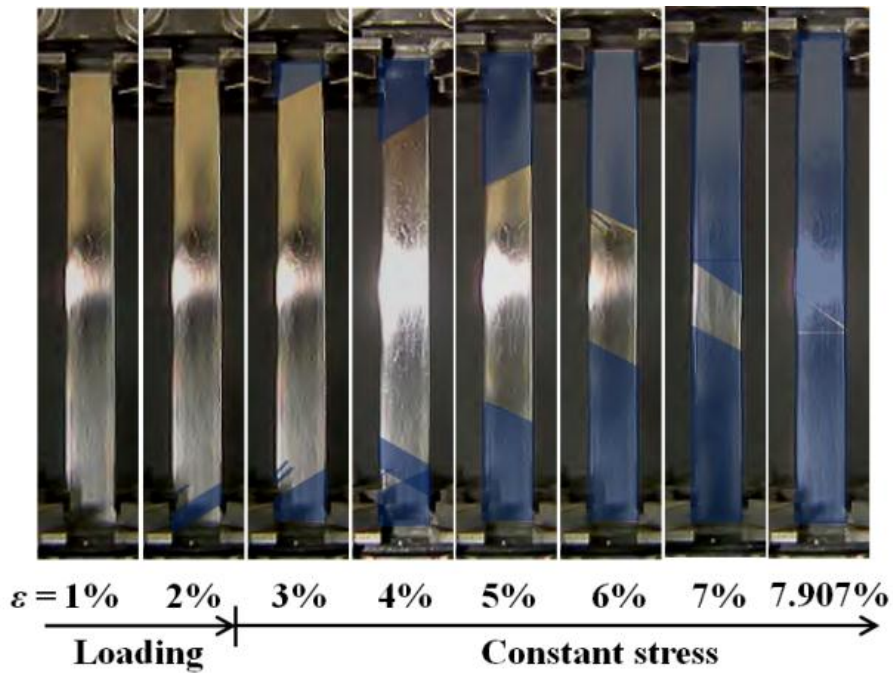


Fig. 4-8 Photographs of surface on the specimen at various strains ϵ under stress rate of $d\sigma/dt = 0.5$ MPa/s till strain of 2 % followed by constant stress

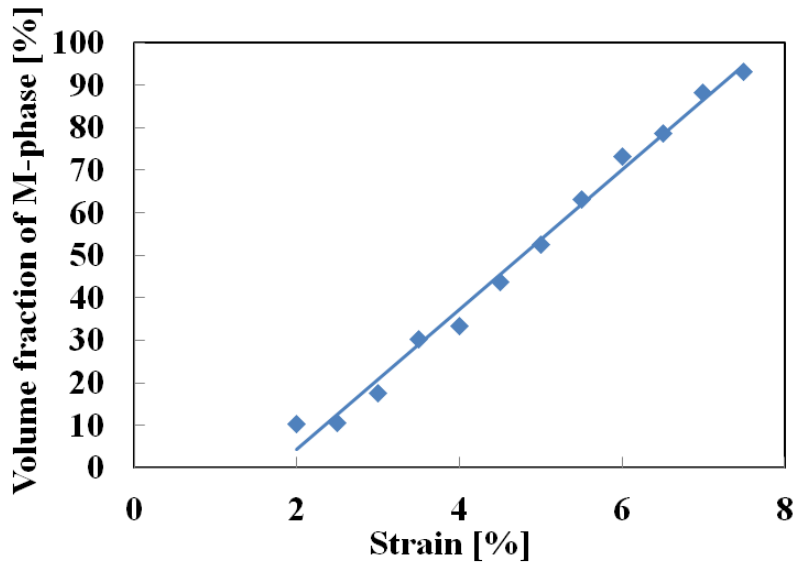


Fig. 4-9 Relationship between volume fraction of M-phase and strain during creep deformation

4.3.3 ひずみ変動する場合のサブループ超弾性変形

(1) 応力-ひずみ関係

一定のひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の下で最初にひずみ 5 % を与え、その後ひずみを 3.5 % まで減少させ、引続きひずみ 6 % まで再負荷を行った。これらの負荷・除荷に続き、下部および上部の応力水平段において除荷ひずみおよび再負荷ひずみがそれぞれ 1 % ずつ変化する繰返し引張試験を行った。この引張試験により得られた応力-ひずみ曲線を図 4-10 に示す。図 4-10 からわかるように、全体的には除荷過程における逆変態は約 120 MPa の下部応力水平段で進展し、再負荷過程における M 変態は約 350 MPa の上部応力水平段で進展する。詳細には、再負荷における応力水平段の応力レベルは繰返し回数の増加と共に低下する⁽¹⁰⁾。また、最初のサイクルを除けば再負荷曲線は除荷開始点 A_2 および A_3 を通り、回帰点記憶が現れる^{(2), (5), (11)}。

(2) 変態帯の進展挙動

除荷と再負荷を繰返した場合の試験片表面の M 変態帯を動き解析マイクロスコープで撮影した写真を第 1 サイクルと第 3 サイクルに関してそれぞれ図 4-11 および図 4-12 に示す。図 4-11 および図 4-12 に示す試験片表面の写真においては、図 4-4 と同様に変態帯の進展状況を分り易くするために、M 相領域を紺色で示した。図 4-11 からわかるように、第 1 サイクルでは M 相領域は除荷過程で縮小し、再負荷過程で進展するが、それらの変化は小さい。これは、第 1 サイクルにおけるひずみの変化は 1.5 % であり、除荷過程および再負荷過程の初期のひずみの変化 1 % は弾性変形によるものであり、M 変態および逆変態による変形の進展が少ないからである。一方、第 1 サ

イクルに比べてひずみの変化の大きい第3サイクルを示した図4-12からわかるように、M相領域は除荷過程において逆変態の進展により大きく縮小し、再負荷過程で大きく拡大する。また、M相領域の拡大と縮小は、先行する過程で最終的に生じているM変態帯の境界が起点となり、この境界から進展する。フルループの超弾性変形の場合、負荷と除荷での応力水平段の開始点 S_M と S_A ではそれぞれオーバーシュートとアンダーシュートが現れる⁽⁵⁾。フルループの場合には、各変態の開始点ではそれぞれM相とA相の核を新たに形成するためにオーバーシュートとアンダーシュートが現れる。これに対し、サブループの場合には、M相とA相が先行する過程で生じているために、新たに生成相の核を形成する必要がない。この結果、負荷と除荷でそれぞれオーバーシュートとアンダーシュートは現れず、M変態帯の境界からM相とA相の領域は進展する。また、M変態と逆変態の進展の違いに基づき、同じひずみにおけるM変態領域は負荷過程に比べて除荷過程の方が広い。

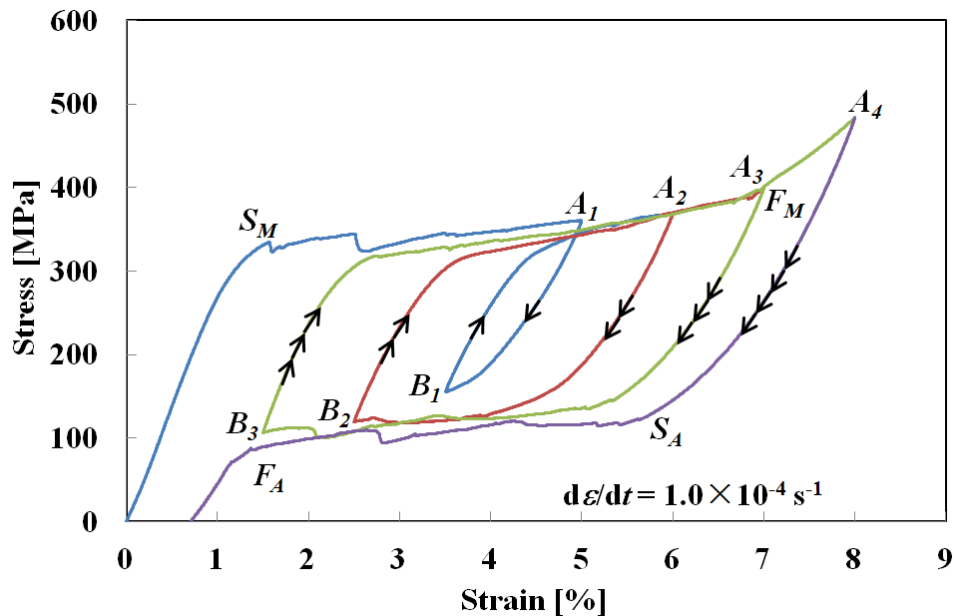


Fig. 4-10 Stress-strain curves obtained by cyclic loading test with strain variation under $d\epsilon/dt = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

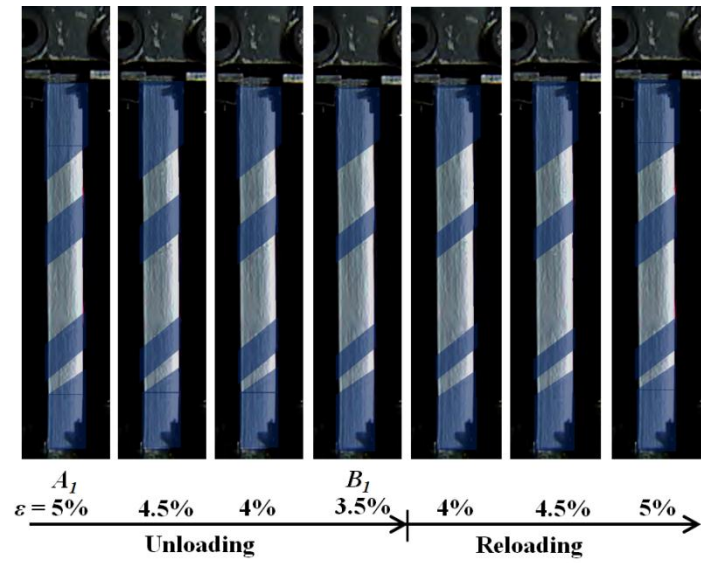


Fig. 4-11 Photographs of surface on the specimen at various strains ε in 1st cycle of cyclic loading test under $d\varepsilon/dt = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

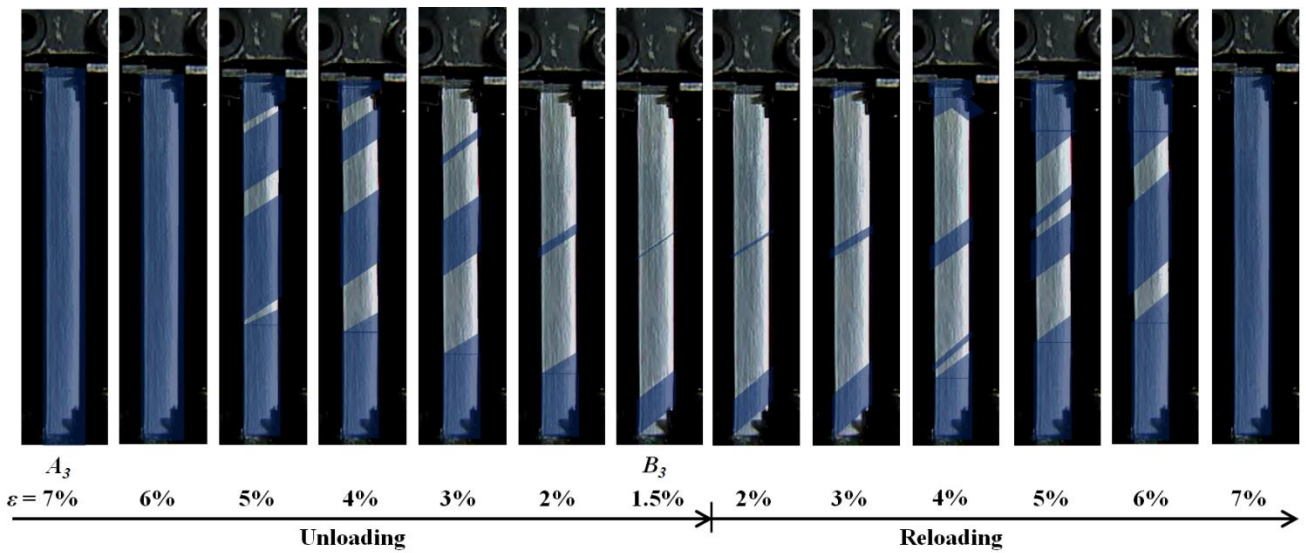


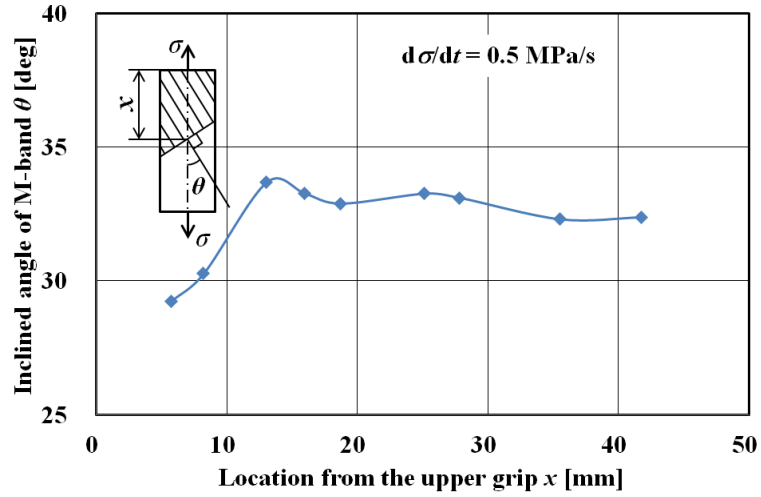
Fig. 4-12 Photographs of surface on the specimen at various strains ε in 3rd cycle of cyclic loading test under $d\varepsilon/dt = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

4.3.4 変態帯の挙動

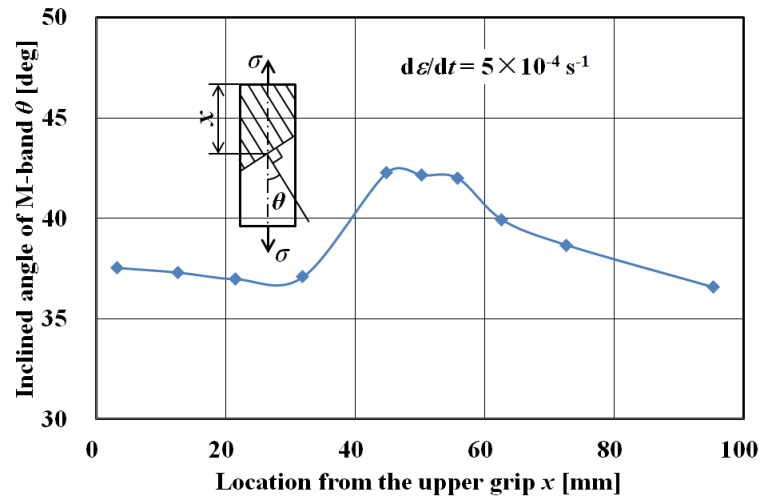
図 4-4, 図 4-8, 図 4-11 および図 4-12 で観察されたように, 変態帯の境界は軸方向に対して左右にある一定の傾き角 θ で進展する. この変態帯境界の傾き角 θ を, M 変態域と A 相との境界面の法線方向が引張軸方向となす角として表す. これまでの研究で報告されている θ は次の通りである. TiNi SMA の平板の引張りにおいて現れる変態帯の左または右に傾く角 θ はアスペクト比が 1.25 の場合には 35° であり⁽¹²⁾, アスペクト比が 13 の場合には 42° である⁽⁶⁾. TiNi SMA 円管の引張りにおいては円管の表面に螺旋形の変態帯が現れ, 変態帯の傾き角 θ は 35° である⁽⁹⁾. この傾き角 θ を詳細に検討するために, 標点間のアスペクト比が 5 と 10 の試験片について上部つかみ部からの位置 x における変態帯境界の傾き角 θ の測定値結果をそれぞれ図 4-13 (a) と (b) に示す. この傾き角 θ はそれぞれ応力速度 0.5 MPa/s とひずみ速度 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合について求めた.

図 4-13 (a) からわかるように, アスペクト比が 5 の場合, 傾き角は上部のつかみ部近傍を除けば 33° である. 図 4-13 (b) からわかるように, アスペクト比が 10 の場合には, 傾き角 θ は試験片の中央部付近では 42° であり, つかみ部付近では 37° である. アスペクト比が 10 の場合, 中央部付近では単軸引張り状態になり, θ は最大せん断応力の方向 45° に近い値 42° になる. 一方, 試験片のつかみ部はつかみ具により圧縮されており, つかみ部付近では軸方向の伸びに対して横方向の縮みが拘束されるために, せん断応力が作用する. このために, 最大せん断応力の方向は 45° より小さくなる. この結果, アスペクト比が小さい場合およびアスペクト比が大きい場合に両端のつかみ部付近では変態帯の傾き角 θ は $33^\circ - 37^\circ$ になる. 変態帯の傾き角のアスペクト比, 負荷速度, 負荷除荷過程および試験片締付力などへの依存性の詳細については今後の研究課題である.

図 4-4, 図 4-11 および図 4-12 で観察されたように, 変態帯は上下のつかみ部に続き中央部でも発生し, 進展する. 進展の初期において変態帯の境界は左または右の両方向に傾いているが, M 変態の終了直前には上下の変態帯の境界は同じ方向に傾き, 両方向の変態帯が合体して M 変態は終了する.



(a) Aspect ratio of 5



(b) Aspect ratio of 10

Fig. 4-13 Angle θ of the boundary of the M-band inclined to tensile axis in the location x from the upper grip

4.4 結 言

TiNi SMA 薄板材の引張試験により超弾性変形の種々のサブループ特性をサーモグラフィによる局所的な温度変化とマイクロスコープによる M 変態帯の表面観察に基づいて調べた。得られた主要な結果は、次の通りである。

1. 負荷・除荷における応力-ひずみ曲線の上部・下部の応力水平段は M 変態帯の進展と縮小に伴って現れる。応力速度が低い場合、上部応力水平段からの除荷の初期においては M 変態帯の進展によりひずみが増加する。
2. 応力速度一定でひずみ 2 %まで負荷し、上部応力水平段においてこの時の応力を一定に保持するとクリープひずみが生じる。このクリープひずみは M 変態帯の進展により現れる。一定応力下で生じるクリープひずみ速度はほぼ一定である。この場合の M 相の体積分率はひずみの増加に比例して増加する。
3. 応力水平段からの負荷・除荷でひずみ変動する場合、再負荷の応力-ひずみ曲線で回帰記憶が現れる。M 変態帯の拡大と縮小は、先行する過程において現れている変態帯の境界が起点となって進展する。
4. 変態帯境界の引張軸との傾き角は標点間のアスペクト比が 5 の場合には 33° であり、アスペクト比が 10 の場合には試験片中心部では 42° であり、つかみ部近傍では 37° である。変態の初期において変態帯の境界は左または右の両方向の傾きで進展するが、変態終了直前には同じ方向の傾きとなり、両方の変態帯の合体により M 変態は終了する。

参考文献

- (1) K. Tanaka, S. Kobayashi and Y. Sato : Thermomechanics of Transformation Pseudoelasticity and Shape Memory Effect in Alloys, 1986, International Journal of Plasticity, Vol. 2, pp. 59-72.
- (2) B. Raniecki, C. LExcellent and K. Tanaka : Thermodynamic Model of Pseudoelastic Behaviour of Shape Memory Alloys, 1992, Archives of Mechanics, Vol. 44, No. 3, pp. 261-284.
- (3) K. Tanaka, F. Nishimura and H. Tobushi : Phenomenological Analysis on Subloops in Shape Memory Alloys Due to Incomplete Transformations, 1994, Journal of Intelligent Material Systems and Structures, Vol. 5, pp. 487-493.
- (4) K. Tanaka, F. Nishimura, T. Hayashi, H. Tobushi and C. LExcellent : Phenomenological Analysis on Subloop and Cyclic Behavior in Shape Memory Alloys under Mechanical and/or Thermal Loads, 1995, Mechanics of Materials, Vol. 19, pp. 281-292.
- (5) E.A. Pieczyska, H. Tobushi, W.K. Nowacki, S.P. Gadaj and T. Sakuragi, Subloop Deformation Behavior of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Stress-Controlled Loadings, 2007, Materials Transactions, Vol. 48, No. 10, pp. 2679-2686.
- (6) E.A. Pieczyska, H. Tobushi, S.P. Gadaj and W.K. Nowacki : Superelastic Deformation Behavior Based on Phase Transformation Bands in TiNi Shape Memory Alloy, 2006, Materials Transactions, Vol. 47, No. 3, pp. 670-676.
- (7) Y.J. He, H. Yin, R.H. Zhou and Q.P. Sun : Ambient Effect on Damping Peak of NiTi Shape Memory Alloy, 2010, Materials Letters, Vol. 64, pp. 1483-1486.
- (8) J.A. Shaw and S. Kyriakides : Thermomechanical Aspects of NiTi, 1995, Journal of Mechanics and Physics of Solids, Vol. 43, No. 8, pp. 1243-1281.
- (9) Y.J. He and Q.P. Sun : Rate-Dependent Domain Spacing in a Stretched NiTi Strip, 2010, International Journal of Solids and Structures, Vol. 47, Issue 20, pp. 2775-2783.
- (10) P.H. Lin, H. Tobushi, K. Tanaka, T. Hattori and M. Makita : Pseudoelastic Behaviour of TiNi Shape Memory Alloy Subjected to Strain Variations, 1994, Journal of Intelligent Material Systems and Structures, Vol. 5, pp. 694-701
- (11) K. Takeda, H. Tobushi, K. Miyamoto and E.A. Pieczyska, Superelastic Deformation of TiNi Shape Memory Alloy Subjected to Various Subloop Loadings, 2012, Materials Transactions, Vol. 53, No. 1, pp. 217-223.
- (12) 村澤 剛, 光真坊 誠, 米山 総, 佐久間 俊雄, 隆 雅久 : 形状記憶合金に生じる不均一変形挙動の計測, 2004, 材料, Vol. 53, No. 9, pp. 999-1005.

第5章 応力制御サブグループ負荷における変態誘起クリープ およびクリープ回復特性

5.1 緒言

第1章および第4章で述べたように、TiNi SMA を実用するためにはサブグループにおける変形特性を理解する必要がある。SMA において一定応力下で温度が変化する場合、ひずみは変動する。SMA を利用したアクチュエータにおいてある位置である荷重を保持するように制御した場合、SMA の履歴によっては材料の温度が変化し、位置が変動するためその制御は困難である。このことから、SMA を利用したアクチュエータの SMA 素子を設計する場合、サブグループ負荷においてあるひずみで応力を保持した場合の変形挙動を理解する必要がある。現在までに、サブグループに関する研究は実験的または解析的にされている⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾。しかし、応力制御サブグループにおける、あるひずみで応力を保持すると現れる変態誘起クリープおよびクリープ回復について、試験片表面に現れる変態帯の挙動や変態に伴う温度分布に関する研究は行われていない。また、クリープとクリープ回復における応力保持ひずみが変形挙動に与える影響についてもこれまで研究はされていない。したがって、本章の研究では、単軸引張試験により TiNi SMA の応力制御サブグループにおけるクリープおよびクリープ回復について、試験片表面に現れる変態帯および試験片表面の温度変化をマイクロスコープおよびサーモグラフィを用いて観察し、その変形特性について解明する。また、応力保持開始ひずみがクリープ速度およびクリープ回復速度に与える影響について明らかにする。

5.2 実験方法

応力制御サブグループにおけるクリープおよびクリープ回復試験は大気中室温で行った。応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ で応力保持開始ひずみ ε_1 まで負荷し、その後、クリープひずみが停止するまで応力を一定に保持した。続いて、応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ で応力保持開始ひずみ ε_3 まで除荷し、その後、クリープ回復ひずみが停止するまで、応力を一定に保持した。負荷時における応力保持開始ひずみ ε_1 は 2 %、3 %、4 % とした。除荷時における応力保持開始ひずみ ε_3 は最大ひずみ ε_m より -1.5 %、-2 %、-3 %、-4 % とした。試験の間、変態帯および試験片表面の温度分布を連続的に計測した。

5.3 実験結果および考察

5.3.1 応力-ひずみ曲線およびひずみ-時間関係

応力制御サブグループ試験において、負荷過程ではひずみ 2 % まで応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ で負荷し、その後応力を一定に保持し、除荷過程では最大ひずみより -1.5 % ひずみを除き、その後応力を一定に保持した場合の応力-ひずみ曲線を図 5-1 に示す。図 5-1 における点 S_M 、点 F_M は SIMT 開始と終了、点 S_A 、点 F_A は逆変態開始と終了をそれぞれ示す。また、点 H_1 、点 H_2 は負荷時の応力保持開始と終了、点 H_3 、点 H_4 は除荷時の応力保持開始と終了をそれぞれ示す。さらに点 C_1 、点 C_3 は負荷過程および除荷過程の応力保持後、応力がほぼ一定となる点をそれぞれ示す。図 5-1 からわかるように、応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ で負荷するとひずみ 1.3 % (点 S_M) において SIMT が開始する。ひずみ 2 % においてその時の応力を保持すると、応力は少し変動しその後ひずみ 3.5 % (点 C_1) において一定値 508 MPa になる。この変動は、一定応力速度で制御しているため、点 S_M において応力の低下するオーバーシュートが生じると引張試験機のクロスヘッドがさらに高い速度で移動することにより現れる。その後、ひずみは 7.91 % (点 F_M) まで増加する。この一定応力下でひずみが増加する現象は、通常のクリープに類似している。この場合は、2.2 節で示したように SIMT によりひずみ 2 % までの負荷において温度が上昇し、その後一定応力下において上昇した温度が降下することで M 変態の進展条件を満たし、ひずみの増加するクリープが生じる。

除荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ で最大ひずみ ϵ_m からひずみを 1.5 % 除き、応力を保持すると、負荷過程と同様に、応力は少し変動しひずみ 5.8 % (点 C_3) において一定値 231 MPa になる。その後ひずみは 1.1 % まで減少する。この場合は、2.2 節で示したように逆変態により最大ひずみ ϵ_m からひずみ 1.5 % 除く間に吸熱反応により温度は降下し、その後一定応力下において降下した温度が周囲空気により加熱されることで逆変態の進展条件を満たし、ひずみの減少するクリープ回復が生じる。

図 5-1 における試験のひずみ-時間関係を図 5-2 に示す。図 5-1 および図 5-2 からわかるように、ひずみ速度は SIMT の開始点 S_M において高くなる。その後、少し応力変動のある H_1 と点 C_1 の間においてもひずみ速度は高くなる。応力が一定となる点 C_1 以降においてひずみ速度 ds/dt はほぼ一定の $8.45 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ となる。ひずみは最大ひずみ ϵ_m まで増加しその後停止する (点 F_M-H_2)。除荷過程において、ひずみ速度は逆変態の開始点 S_A において高くなる。少し応力変動のある H_3 と点 C_3 の間において、ひずみ速度は高くなる。応力が一定となる点 C_3 以降においてひずみ速度 ds/dt はほぼ一定の $-1.52 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ となる。ひずみは 1.1 % まで減少し、その後停止する (点 F_A-H_4)。

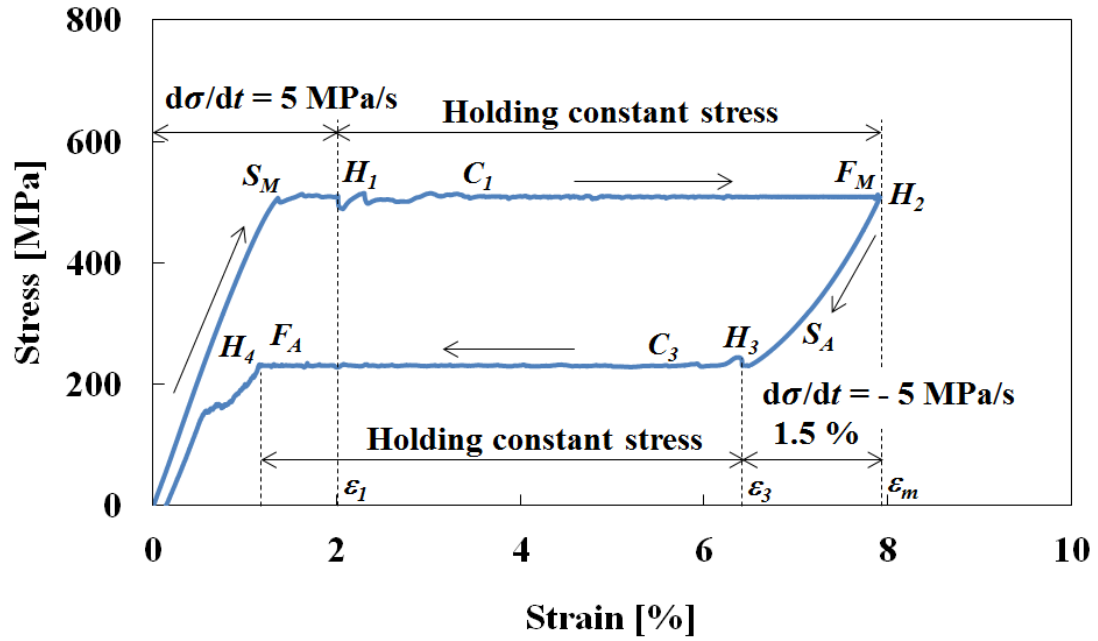


Fig. 5-1 Stress-strain curve under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress at 508 MPa from a strain of $\epsilon_1 = 2\%$ (point H_1) during loading and holding constant stress at 231 MPa from a strain of ϵ_3 (point H_3) following a decrease in strain of 1.5% from the maximum strain ϵ_m (point H_2) under a stress rate of -5 MPa/s during unloading

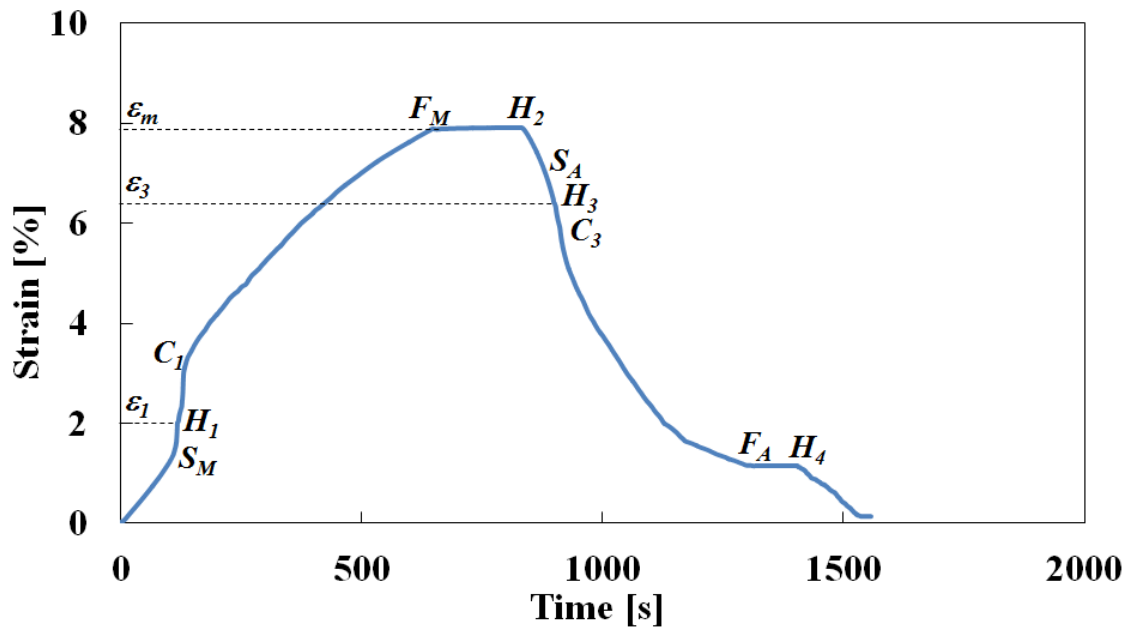


Fig. 5-2 Variation in strain with time in the creep and creep recovery test under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from a strain of $\epsilon_1 = 2\%$ (point H_1) during loading and holding constant stress from a strain of ϵ_3 (point H_3) following a decrease in strain of 1.5% from the maximum strain ϵ_m (point H_2) under a stress rate of -5 MPa/s during unloading

5.3.2 変態帯の挙動

応力制御サブグループにおけるクリープとクリープ回復試験において、マイクロスコープで撮影した各ひずみにおける試験片表面の写真を図 5-3 に示す。図 5-3 において M 相の領域を紺色で着色している。これは、SIMT 帯の進展を裸眼では十分に確認することが可能であるが、写真では十分に観察できないため着色した。写真からわかるように、SIMT により試験片表面にリュウダース帯に類似した変態帯が両端において発生する。応力保持開始ひずみ ϵ_l 以降は発生した変態帯の境界を起点に試験片中央に向かって変態帯は進展する。最大ひずみ $\epsilon_m = 7.9\%$ において試験片中央で変態帯は合体し、試験片全体は M 相になる。変態帯の引張方向との角度は 42° となり、Huang⁽⁷⁾により示された角度、最大せん断方向の 45° に近い。

除荷過程において、最初は M 相の弾性変形によるひずみの減少であるため逆変態帯は現れない。応力保持開始ひずみ $\epsilon_3 = 6.4\%$ より応力を保持すると試験片両端および中央で逆変態帯が発生し、界面を起点に試験片全体へ進展する。

5.3.3 変態に伴う温度変化

図 5-4 はサーモグラフィより得られた各ひずみにおける試験片表面の温度分布を示す。図 5-4 からわかるように、発熱反応である SIMT は最初に試験片両端で発生し、その後中央に向かって進展する。応力保持過程において、SIMT により加熱された試験片は周囲空気により冷却され M 変態が進展し、新たな位置で M 変態の発熱反応により温度が上昇する。上昇した温度は再び周囲空気により冷却され、M 変態が進展する。これを繰り返すことにより一定応力下においてひずみの増加するクリープが生じる。最大ひずみ $\epsilon_m = 7.3\%$ において変態帯が合体するとき、温度は SIMT 帯が進展するときより少し高くなる。

除荷過程において、吸熱反応である逆変態は試験片両端において発生する。応力保持過程において、逆変態により冷却された試験片は周囲空気により加熱され逆変態が進展し、新たな位置で逆変態の吸熱反応により温度が降下する。降下した温度は再び周囲空気により加熱され、逆変態が進展する。これを繰り返すことにより一定応力下においてひずみの減少するクリープ回復が生じる。

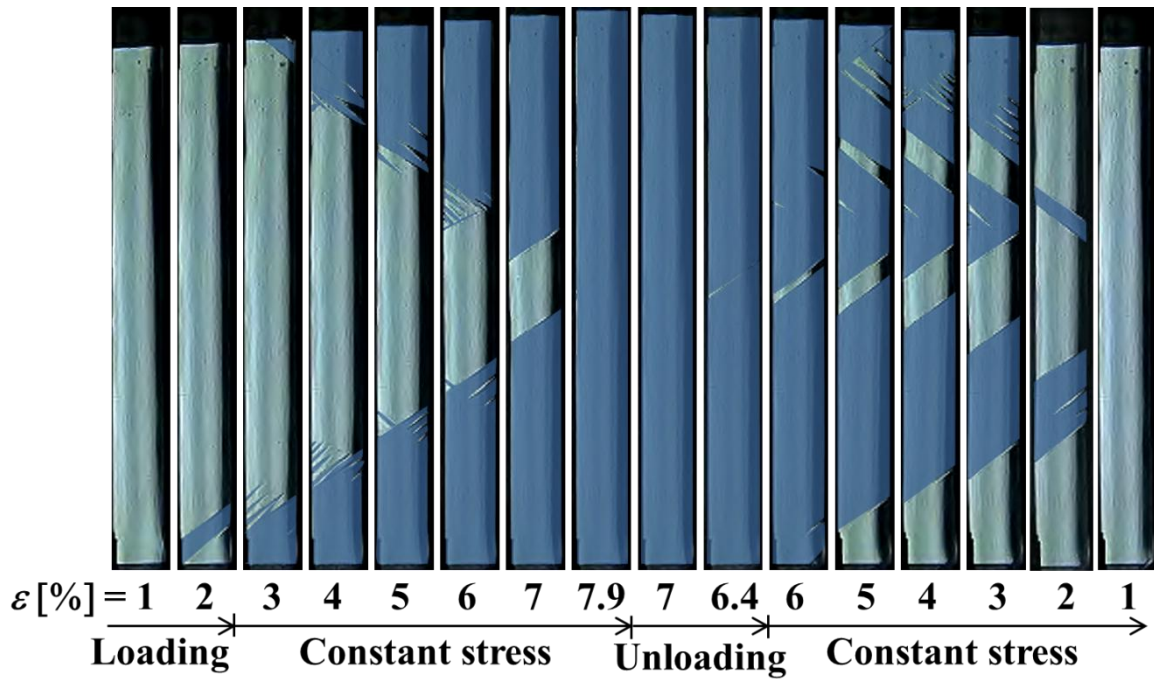


Fig. 5-3 Photographs of specimen surface at various strains ε under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from a strain of $\varepsilon_l = 2\%$ during loading and holding constant stress from a strain of ε_3 following a decrease in strain of 1.5 % from the maximum strain ε_m under a stress rate of -5 MPa/s during unloading

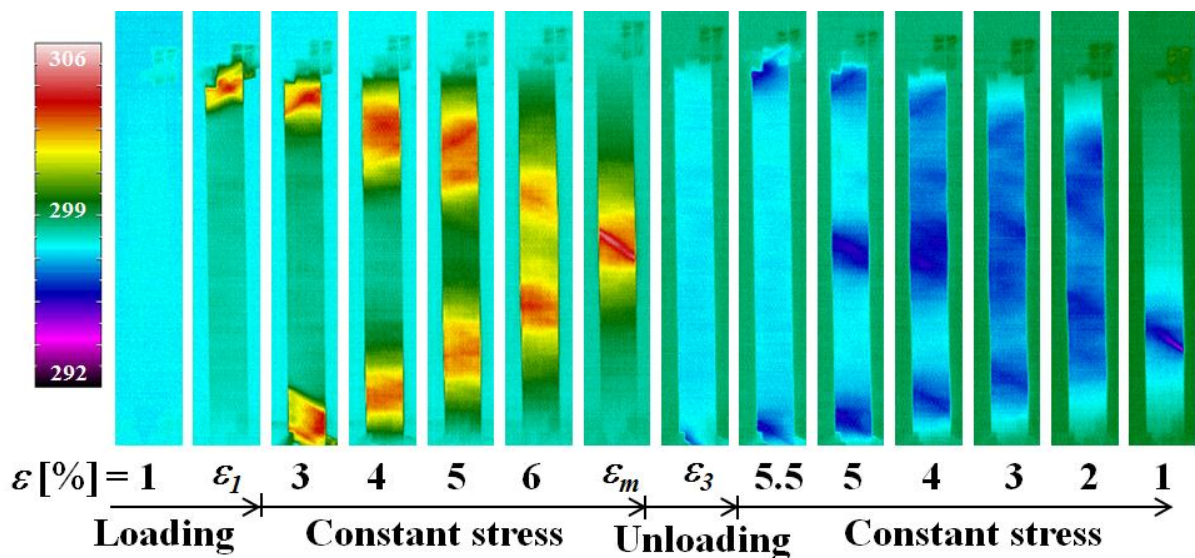


Fig. 5-4 Thermograms of temperature distribution on the specimen surface under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from a strain of $\varepsilon_l = 2\%$ during loading and holding constant stress from a strain of ε_3 following a decrease in strain of 1.5 % from the maximum strain ε_m under a stress rate of -5 MPa/s during unloading

5.3.4 応力制御サブループ負荷における変態誘起クリープおよびクリープ回復の進展条件

応力速度一定で負荷または除荷し，あるひずみにおいて応力を保持した場合のクリープおよびクリープ回復の応力-ひずみ線図および応力-温度相図を図 5-5 および図 5-6 にそれぞれ示す．応力-ひずみ線図の記号は応力-温度相図の記号と対応している．

実験結果からわかるように，応力速度一定であるひずみまで負荷し (OAB)，その後応力を一定に保持するとひずみの増加するクリープが生じる (BC)．点 A において SIMT が生じ発熱反応により加熱され温度が上昇する．その後点 B において応力を保持すると周囲空気により冷却され温度は降下し，2.2 節で述べたように，M 変態の進展条件が満たされるためにひずみの増加するクリープが生じる．除荷過程においては，応力速度一定であるひずみまで除荷し (C'DE)，その後応力を一定に保持するとひずみの減少するクリープ回復が生じる (EF)．点 D において逆変態が生じ吸熱反応により冷却され温度が降下する．その後点 E において応力を保持すると周囲空気により加熱され温度は上昇し，2.2 節で述べたように，逆変態の進展条件が満たされるためにひずみの減少するクリープ回復が生じる．

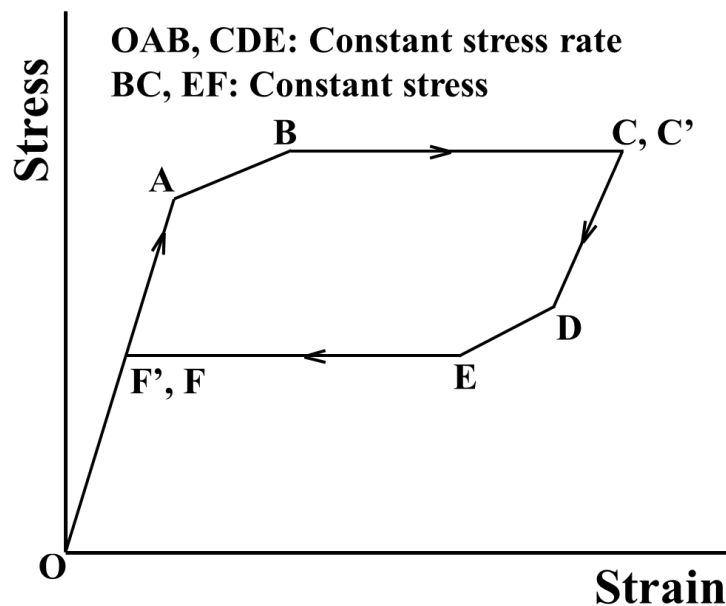


Fig. 5-5 Stress-strain diagrams for creep and creep recovery under stress-controlled subloop loading

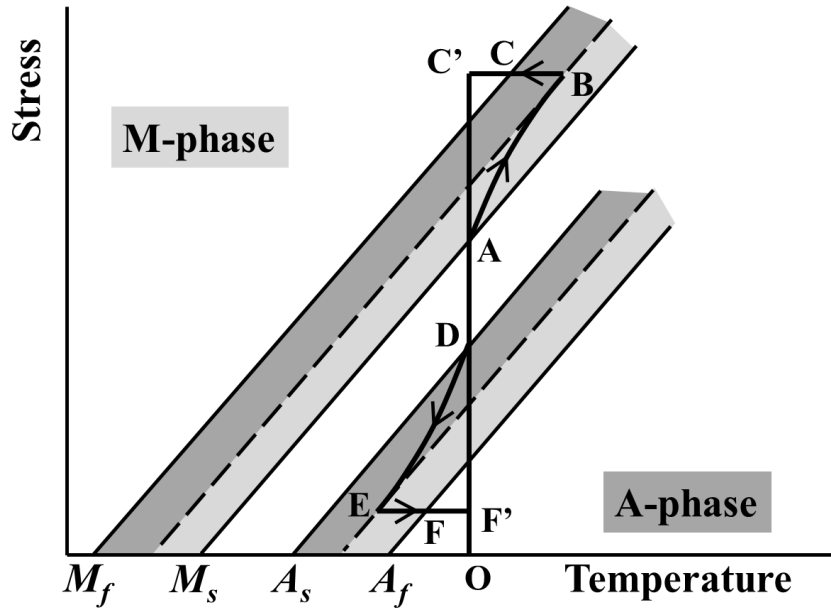


Fig. 5-6 Stress-temperature paths for creep and creep recovery under stress-controlled subloop loading (OAB, C'DE: constant stress rate, BCC', EFF': constant stress)

5.3.5 応力保持開始ひずみが応力保持過程におけるひずみ速度に与える影響

(1) 負荷時における応力保持開始ひずみ ϵ_l がクリープひずみ速度に与える影響

図 5-7 に応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ で負荷した後、応力保持開始ひずみ $\epsilon_l = 2\%$, 3% , 4% (点 H_l) で応力を保持し、除荷過程においては、クリープひずみが停止した位置 (点 F_M) より応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ で最大ひずみ ϵ_m からひずみ 1.5% 除いた後応力を保持した場合のひずみ-時間曲線を示す。応力保持開始ひずみ ϵ_l が大きい場合、応力保持過程におけるクリープひずみ速度は高くなり、最大ひずみ ϵ_m は大きくなる。応力一定下 (点 $C_l - F_M$) における平均クリープひずみ速度は、応力保持開始ひずみ $\epsilon_l = 2\%$ の場合、 $8.41 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 、 $\epsilon_l = 3\%$ の場合、 $1.13 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、 $\epsilon_l = 4\%$ の場合、 $2.74 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ となる。クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_c$ と M 変態ひずみ $\epsilon_l - \epsilon_{MS}$ との関係を図 5-8 に示す。クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_c$ は次式で表わされる。

$$\dot{\epsilon}_c = a(\epsilon_l - \epsilon_{MS}) \quad (5.1)$$

ここで $\epsilon_{MS} = 1.3\%$ は SIMT の開始ひずみであり、係数は $a = 9.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ である。図 5-7 からわかるように、一定応力下 (点 $C_3 - F_A$) におけるクリープ回復ひずみ速度は全てほぼ等しい。クリープひずみ速度は応力および温度履歴に依存すると考えられる。この点の詳細については今後の研究課題である。

応力保持開始ひずみ $\varepsilon_l = 2\%$ 、 3% 、 4% （点 H_l ）の場合のクリープとクリープ回復試験における負荷過程の各ひずみの試験片表面についてマイクロスコップで撮影した写真を図 5-9 に示す。図 5-9 において図 5-3 と同様に M 相の領域を紺色で着色している。応力保持開始ひずみが小さい場合、SIMT 帯は最初試験片両端から発生し、応力保持過程において中央に向かって進展する。応力保持開始ひずみが大きい場合、SIMT は両端および中央から発生し、応力保持過程において発生した SIMT 帯の界面を起点にそれぞれ進展する。

図 5-10 は応力保持開始ひずみ $\varepsilon_l = 2\%$ 、 3% 、 4% （点 H_l ）の場合のクリープとクリープ回復試験において、サーモグラフィより得られた試験片表面の各ひずみにおける温度分布を示す。応力保持開始ひずみ $\varepsilon_l = 2\%$ の場合、SIMT 帯は試験片両端から発生し中央に向かって進展する。 $\varepsilon_l = 3\%$ の場合、SIMT 帯は試験片両端および中央から発生し、 $\varepsilon_l = 2\%$ と比べて SIMT の発熱反応による温度上昇はより高くなる。 $\varepsilon_l = 4\%$ の場合、SIMT 帯は試験片全体で発生し、より広い領域で温度は上昇する。結果として、応力保持開始ひずみ ε_l が大きいほど、クリープひずみ速度は高くなる。

(2) 除荷時における応力保持開始ひずみ ε_3 がクリープ回復ひずみ速度に与える影響

クリープとクリープ回復試験の除荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ で除荷した後、最大ひずみ ε_m から -2% 、 -3% 、 -4% のひずみで応力を保持した場合のひずみ-時間曲線を図 5-11 に示す。最大ひずみ ε_m から除いたひずみ $\varepsilon_m - \varepsilon_3$ が大きいほど、応力保持過程におけるひずみ速度は高くなる。応力保持過程（点 C_3 から点 F_A ）における平均クリープ回復ひずみ速度 $-\dot{\varepsilon}_{cr}$ は、応力保持開始ひずみ $\varepsilon_m - 2\%$ の場合、 $-1.87 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ であり、 $\varepsilon_m - 3\%$ の場合、 $-3.16 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ であり、 $\varepsilon_m - 4\%$ の場合、 $-4.37 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ であった。平均クリープ回復ひずみ速度 $-\dot{\varepsilon}_{cr}$ と逆変態ひずみ $\varepsilon_{AS} - \varepsilon_3$ の関係を図 5-8 に示す。平均クリープ回復ひずみ速度は次式で近似し表される。

$$\dot{\varepsilon}_{cr} = b(\varepsilon_3 - \varepsilon_{AS}) \quad (5.2)$$

ここで $\varepsilon_{AS} = 6.9\%$ は逆変態開始ひずみであり、係数は $b = 1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ である。クリープ回復ひずみ速度は応力および温度履歴に依存すると考えられる。この点の詳細については今後の研究課題である。

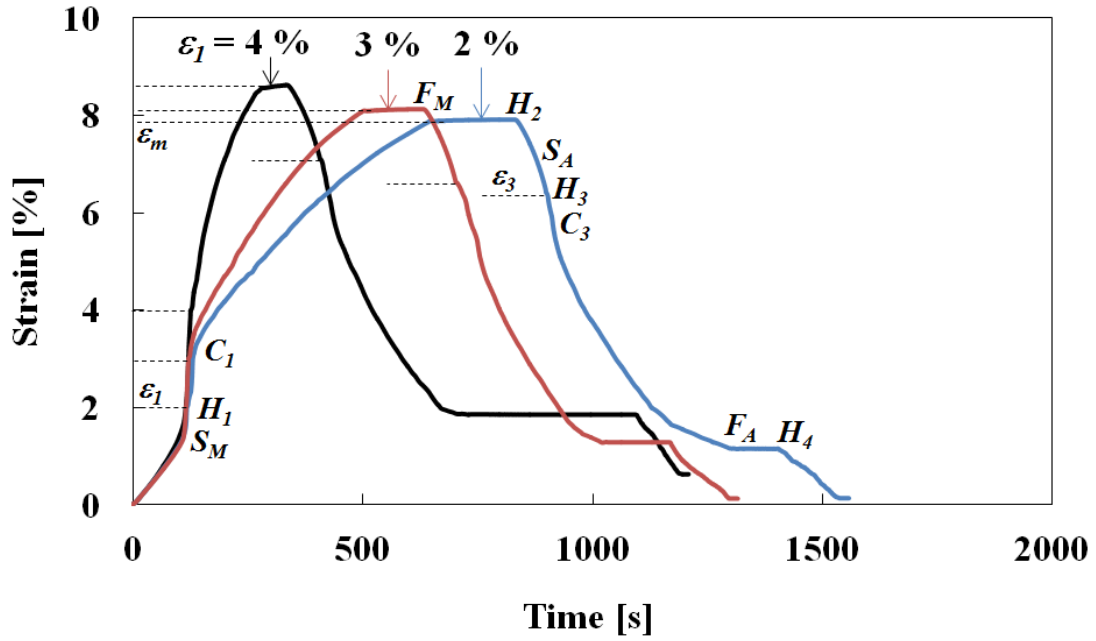


Fig. 5-7 Variations in strain with time in the creep under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from various strains ε_I (point H_1) of 2 %, 3 % and 4 % during loading and holding constant stress from a strain of ε_3 (point H_3) following a decrease in strain of 1.5 % from the maximum strain ε_m (point H_2) under a stress rate of -5 MPa/s during unloading

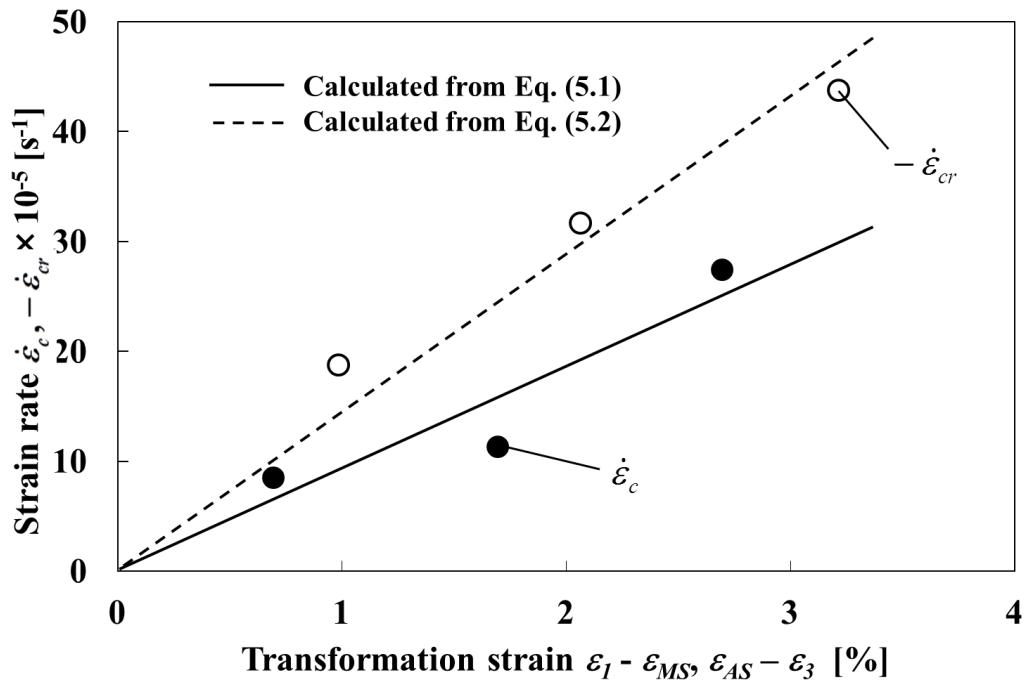


Fig. 5-8 Relationships between creep strain rate $\dot{\varepsilon}_c$ and MT strain $\varepsilon_I - \varepsilon_{MS}$, and creep recovery strain rate $-\dot{\varepsilon}_{cr}$ and reverse transformation strain $\varepsilon_{AS} - \varepsilon_3$

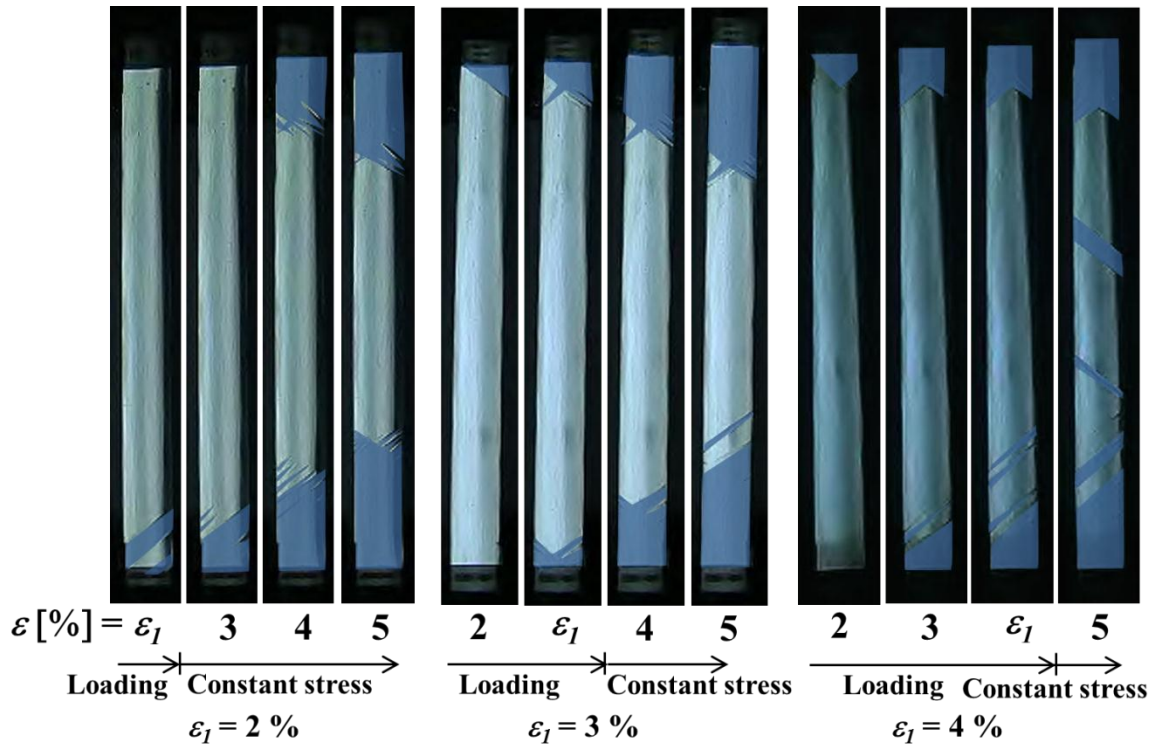


Fig. 5-9 Photographs of specimen surface at various strains ε under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from various stress-holding start strains ε_I of 2 %, 3 % and 4 % during loading

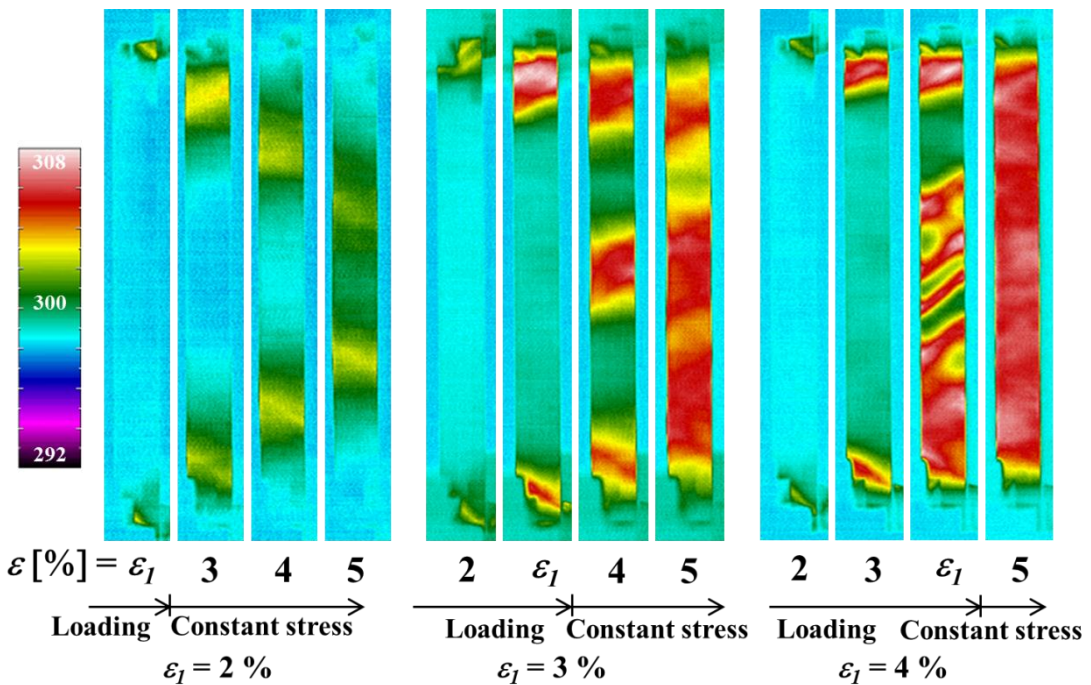


Fig. 5-10 Thermograms of temperature distribution on the specimen surface under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from various stress-holding start strains ε_I of 2 %, 3 % and 4 % during loading

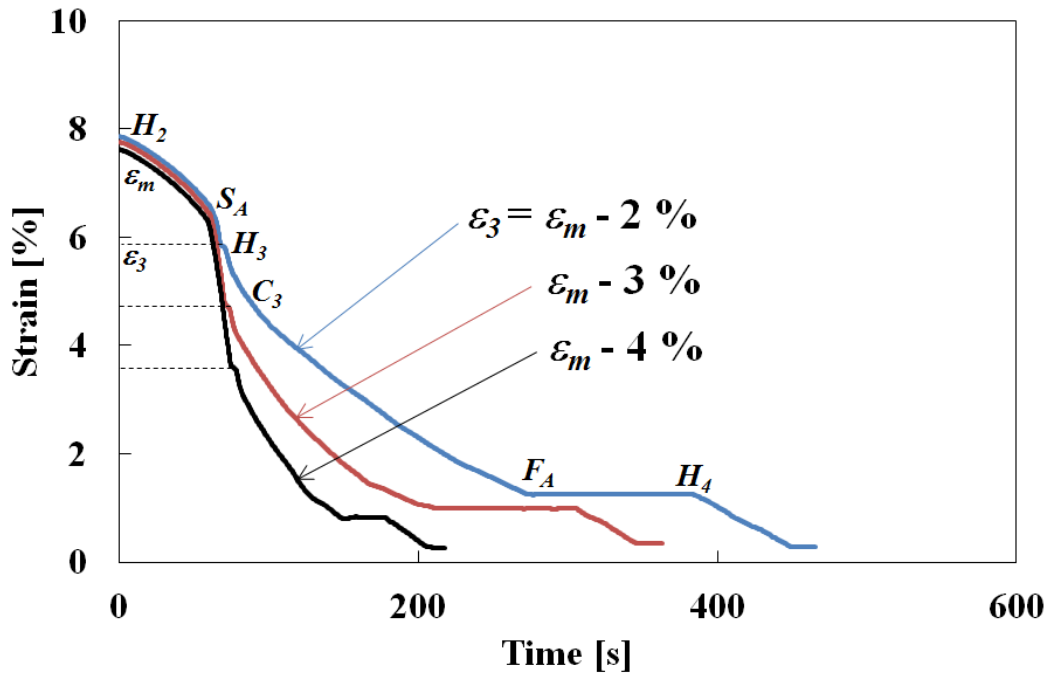


Fig. 5-11 Variations in strain with time in the creep recovery test under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding constant stress from various stress-holding start strains ε_3 (point H_3) following a decrease in strain of 2 %, 3 % and 4 % from the maximum strain ε_m (point H_2) under a stress rate of -5 MPa/s during unloading

5.4 結 言

TiNi SMA 薄帯材について単軸引張試験により超弾性変形の応力制御サブロードにおける変態誘起クリープおよびクリープ回復特性を、マイクロスコープおよびサーモグラフィにより観察した試験片表面の変態帯と温度分布の変化に基づき検討した。また、応力保持開始ひずみが応力保持過程におけるひずみ速度に与える影響を調べた。得られた主要な結果は、次の通りである。

1. 応力速度一定で上部応力水平段の応力保持開始ひずみまで負荷しその応力を保持すると SIMT の進展によりクリープが現れる。応力保持過程において M 変態ひずみが大きいほど SIMT の発熱反応による温度上昇が大きくなり、クリープひずみ速度は高くなる。
2. 応力速度一定で下部応力水平段の応力保持開始ひずみまで除荷しその応力を保持すると逆変態の進展によりクリープ回復が現れる。応力保持過程において逆変態ひずみが大きいほど、逆変態の吸熱反応による温度降下が大きくなり、クリープ回復ひずみ速度は高くなる。
3. クリープひずみ速度およびクリープ回復ひずみ速度と各変態ひずみの関係は、ほぼ比例関係となる。

4. 応力制御サブロープ負荷を受ける場合、外部からの加熱冷却ではなく M 変態および逆変態に伴う発熱吸熱によりクリープおよびクリープ回復変形が現れるため、SMA 素子を設計にはこれらの点を考慮することが重要である。

参考文献

- (1) 戸伏壽昭, 田中喜久昭, 堀達哉, 沢田隆之, 服部丈晴 : TiNi 形状記憶合金の変態擬弾性 (最大ひずみおよび温度への依存性), 1992, 日本機械学会論文集(A 編), 58 巻 549 号, pp. 694-698.
- (2) Raniecki, B., Lexcellent, C. and Tanaka, K. : Thermodynamic Model of Pseudoelastic Behaviour of Shape Memory Alloys, 1992, Archives of Mechanics, Vol. 44, No. 3, pp. 261-284.
- (3) Tanaka, K., Nishimura, F. and Tobushi, H. : Phenomenological Analysis on Subloops in Shape Memory Alloys Due to Incomplete Transformations, 1994, Journal of Intelligent Material Systems and Structures, Vol. 5, pp. 487-493.
- (4) 戸伏壽昭, 奥村佳代, 遠藤雅人, 田中喜久昭 : ひずみ制御と応力制御での TiNi 形状記憶合金の変形挙動, 2001, 日本機械学会論文集 (A 編) , 67 巻 661 号, pp. 1443-1450.
- (5) Tobushi, H., Ikawa, T. and Matsui, R. : Pseudoviscoelastic Behavior of TiNi Shape Memory Alloys in Subloop, 2003, Transactions of the Materials Research Society of Japan, Vol. 28 No. 3, pp. 611-614.
- (6) Pieczyska, E.A., Tobushi, H., Nowacki, W.K., Gadaj, S.P. and Sakuragi, T. : Subloop Deformation Behavior of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Stress-Controlled Loadings, 2007, Materials Transactions, Vol. 48, No. 10, pp. 2679-2686.
- (7) Huang, W. M. : Transformation Front in Shape Memory Alloys, 2005, Mater. Sci. Eng., Vol. 392, pp. 121-129.

第 6 章 応力制御サブグループ負荷における変態誘起応力緩和および応力回復特性

6.1 緒言

第 1 章, 第 4 章および第 5 章で述べたように, SMA を実用するためにはサブグループ負荷における変形特性を理解する必要がある. この章では, 応力制御サブグループ負荷においてあるひずみまで負荷した後そのひずみを保持した場合に現れる変態誘起応力緩和および応力回復特性を明らかにする. Pieczyska らにより, 一定ひずみ下で応力の変動する変態誘起応力緩和が生じると報告されており, その原因が発熱 (あるいは吸熱) 反応であると推察されている⁽¹⁾. しかし, 試験片表面の変態帯および温度分布については検討されていない. 一定ひずみ下においては変態の進展量は少なく, 変態進展過程の観察は容易でないため, これらの研究はこれまで行われていない. SMA の実用⁽²⁾⁻⁽¹³⁾では, 機械の運動を制御するクラッチやブレーキ, 油圧で駆動力を制御するアクチュエータ, および締結要素を締付ける場合においては, 荷重を制御する必要がある. SMA をこれらに使用する場合, 応力制御における変形挙動を理解する必要がある. 従って, 本章の研究では, 単軸引張試験により TiNi SMA の応力制御サブグループにおける応力緩和と応力回復について, 試験片表面に現れる変態帯および試験片表面の温度分布をマイクロスコープおよびサーモグラフィを用いて観察し, その変形特性について解明する. また, 応力速度が応力緩和と応力回復の変形特性に与える影響について明らかにする.

6.2 実験方法

サブグループ負荷における応力緩和および応力回復特性について大気中室温で単軸引張試験を行った. 実験中, 試験片表面の変態帯と温度分布を観察した. 負荷過程においては, 応力速度 $d\sigma/dt$ 一定でひずみ ε_1 まで負荷し, その後ひずみ ε_1 を保持し, 応力緩和特性を観察した. 引き続き除荷過程においては, 応力速度 $d\sigma/dt$ 一定でひずみ ε_3 まで除荷し, その後ひずみ ε_3 を保持し, 応力回復特性を観察した. 応力速度 $d\sigma/dt$ は 1 MPa/s, 3 MPa/s, 5 MPa/s とした. 負荷時の保持ひずみ ε_1 は 6% とした. 除荷時の保持ひずみ ε_3 は 2% とした.

6.3 実験結果および考察

6.3.1 応力-ひずみ曲線および応力-時間関係

負荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ でひずみ $\varepsilon_1 = 6\%$ まで負荷し、その後ひずみ ε_1 を保持し、除荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ でひずみ $\varepsilon_3 = 2\%$ まで除荷し、その後ひずみ ε_3 を保持した試験により得られた応力-ひずみ曲線を図 6-1 に、応力とひずみの時間的変化を図 6-2 にそれぞれ示す。

図 6-1 からわかるように、負荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ でひずみ $\varepsilon_1 = 6\%$ まで負荷し、ひずみ ε_1 を保持すると応力が σ_1 から σ_2 に低下し、応力緩和 $\Delta\sigma = \sigma_2 - \sigma_1$ が生じる。除荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ でひずみ $\varepsilon_3 = 2\%$ まで除荷し、ひずみ ε_3 を保持すると応力が σ_3 から σ_4 に増加し、応力回復 $\Delta\sigma = \sigma_4 - \sigma_3$ が生じる。

図 6-1 および 6-2 からわかるように、負荷過程において、M 変態開始点 S_M の直後に応力が変動する。これは、クリープとクリープ回復試験の場合と同様で、点 S_M で SIMT による変態帯が発生し、この為に応力のオーバーシュートが生じ、ひずみ速度が急激に高くなり、この急激なひずみの変動に追随するために応力が変動することにより現れる。ひずみ保持開始点 H_1 後、応力は初期に急激に減少し、その後は緩やかに減少する。応力緩和後の応力 σ_2 は 397 MPa であった。除荷過程においても同様に、ひずみ保持開始点 H_3 後、応力は初期に急激に増加し、その後は緩やかに増加する。応力回復後の応力 σ_4 は 263 MPa であった。

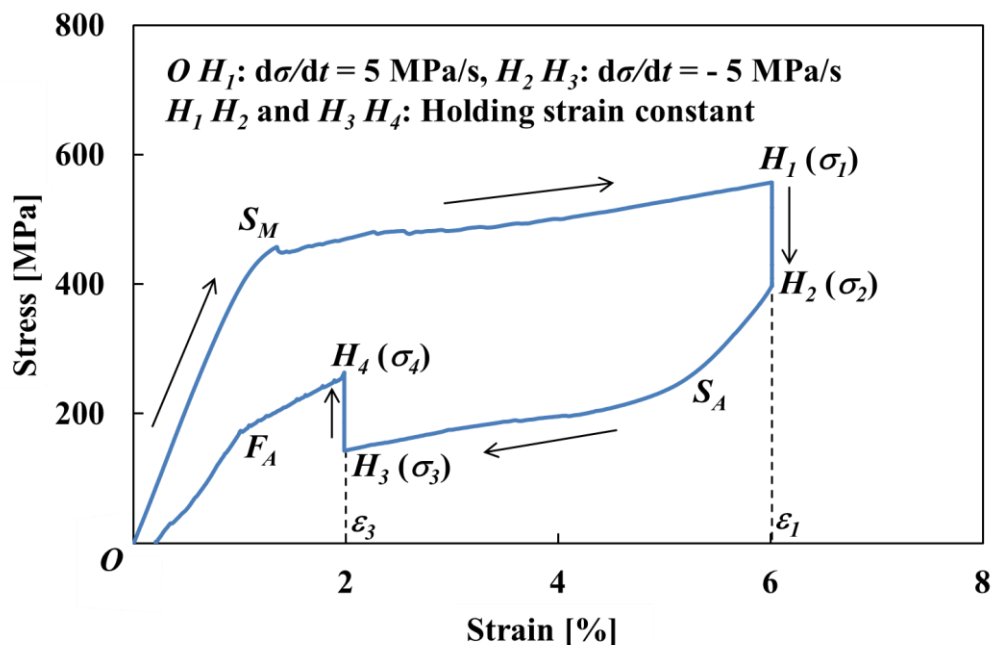


Fig. 6-1 Stress-strain curve obtained by the test under a stress rate of $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ till a point H_1 followed by holding strain constant at $\varepsilon_1 = 6\%$ and thereafter unloaded till a point H_3 followed by holding strain constant at $\varepsilon_3 = 2\%$

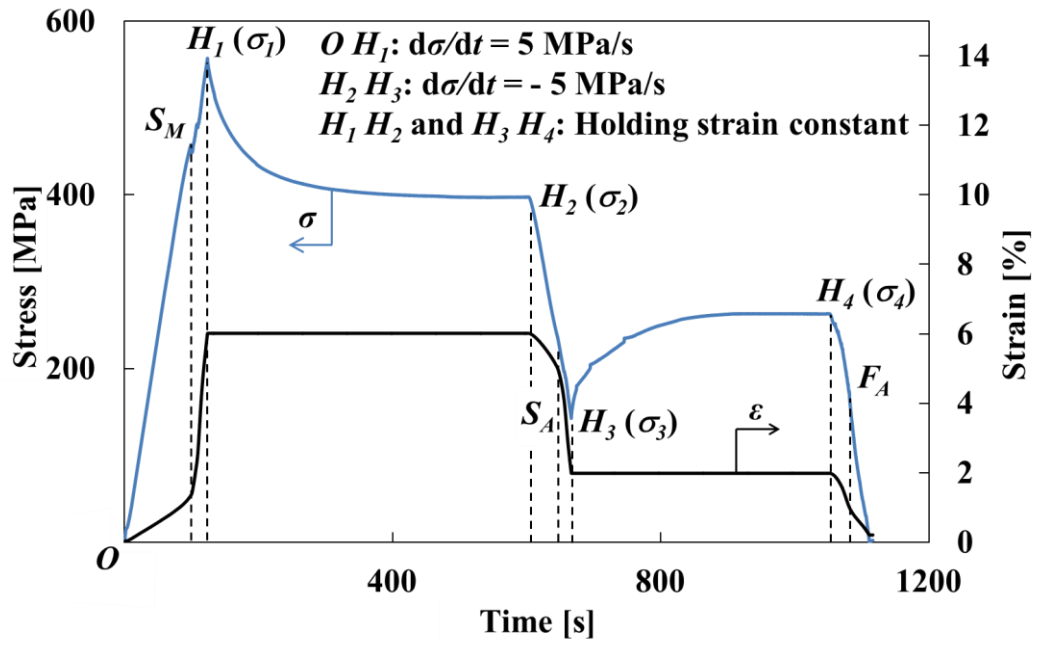


Fig. 6-2 Variation in stress and strain with time obtained by the test under a stress rate of $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ till a point H_1 followed by holding strain constant till a point H_2 and thereafter unloaded till a point H_3 followed by holding strain constant till a point H_4

6.3.2 変態帯の挙動

図 6-1 に示した応力-ひずみ曲線の試験における試験片表面をマイクロスコープで撮影した写真を各ひずみに関して図 6-3 に示す。図中右端の写真は M 相を着色する前の負荷時のひずみ 4 % における写真である。このひずみ 4 % における写真からわかるように、変態帯の界面を観察することはできるが、M 相の領域と A 相の領域が明瞭にはわかりにくい。このため、M 相の領域をはっきりと示すために図 6-3 においては M 相を紺色で着色している。負荷過程においてひずみ 2 % から 3 % の間では、応力速度 $d\sigma/dt = 5\text{MPa/s}$ 一定下でひずみ速度 $d\varepsilon/dt$ が高くなり、試験片全体に変態帯が発生する。ひずみ 3 % 以降では、発生した変態帯の界面が進展し、ひずみが増加する。ひずみ $\varepsilon_1 = 6\%$ までの負荷後、点 H_1 から H_2 の間でひずみを保持すると M 変態が少し進展し、M 相の領域が増加する。除荷過程においては、応力緩和後 (H_2) における変態帯の界面を起点に逆変態が進展し、ひずみが減少する。ひずみ $\varepsilon_3 = 2\%$ までの除荷後、ひずみを保持すると点 H_3 から H_4 の間で逆変態が少し進展し、A 相の領域が増加する。

このように、一定ひずみ下での変態の進展に伴い応力緩和および応力回復の現れることが確認できる。

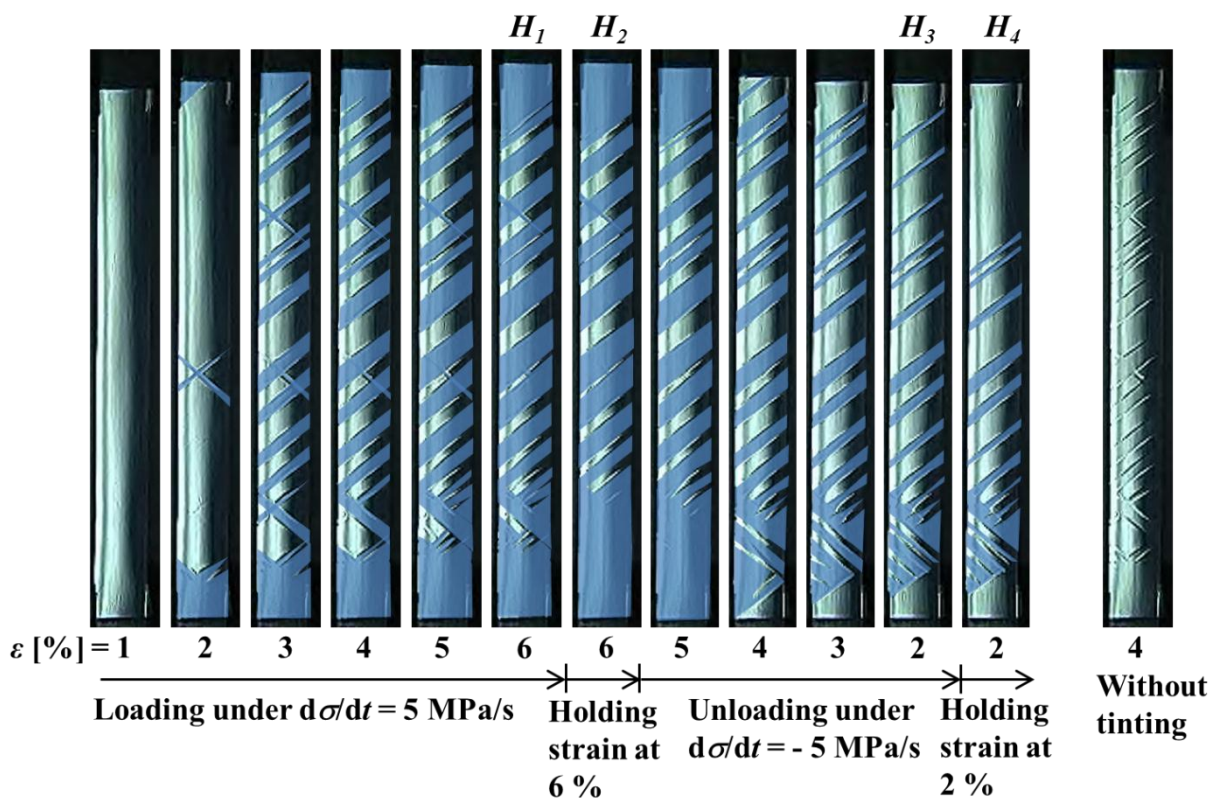


Fig. 6-3 Photographs of specimen surface at various strains ε under a stress rate of 5 MPa/s followed by holding strain constant at a point H_1 ($\varepsilon_1 = 6\%$) during loading and at a point H_3 ($\varepsilon_3 = 2\%$) during unloading

6.3.3 変態に伴う温度変化

図 6-1 で示した応力-ひずみ曲線と同じ条件の試験の負荷過程においてサーモグラフィにより得られた各ひずみにおける試験片表面の温度分布とひずみ保持過程における温度分布を図 6-4 に示す。また、応力 σ および試験片表面の平均温度と初期平均温度との差 ΔT の時間的変化を図 6-5 に示す。同様に、除荷過程における試験片表面の温度分布を示すサーモグラムおよび応力 σ と温度変化 ΔT の時間的変化を図 6-6 および図 6-7 にそれぞれ示す。図 6-4 および図 6-6 のサーモグラムにおいては、ひずみ保持過程における試験片表面の温度分布の変化を明瞭に示すため、応力間隔 $\Delta\sigma = 20 \text{ MPa}$ 毎の温度分布を示す。図 6-4 および図 6-5 からわかるように、一定の応力速度 $d\sigma/dt = 5 \text{ MPa/s}$ で点 H_1 （ひずみ $\varepsilon_1 = 6\%$ ）まで負荷すると M 変態の発熱反応により温度が上昇する。その後点 H_1 から点 H_2 の間でひずみを保持すると、周囲空気により温度は降下し、M 変態が進展する。その結果、ひずみを保持している間に、応力緩和が生じる。

除荷過程における関係を示す図 6-6 および図 6-7 からわかるように、一定の応力速度 $d\sigma/dt = -5 \text{ MPa/s}$ で点 H_3 （ひずみ $\varepsilon_3 = 2\%$ ）まで除荷すると逆変態の吸熱反応により温度は降下する。その後ひずみを保持すると、周囲空気により温度は上昇し、逆変態が進展する。この結果、ひずみを保持している点 H_3 から点 H_4 の間において、応力回復が生じる。

図 6-5 および図 6-7 からわかるように、ひずみ保持過程の初期において温度は著しく変化し、その後変化は少なくなる。この温度変化に対応して、応力はひずみ保持過程の初期に著しく変化し、その後一定値に飽和する。

以上の通り、一定ひずみ保持過程において変態が進展するために温度が変化する。この温度変化に基づいて生じる応力緩和および応力回復の挙動が確認できる。

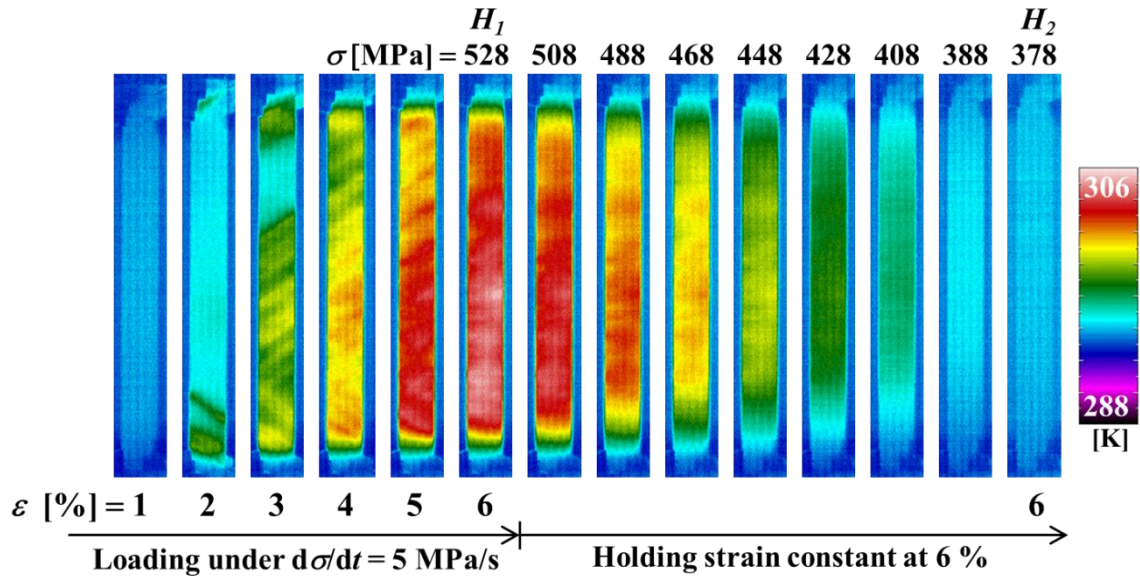


Fig. 6-4 Thermograms of temperature distribution on specimen surface at various strains ε during loading under a stress rate of 5 MPa/s till a point H_1 ($\varepsilon_1 = 6\%$) followed by holding strain constant till a point

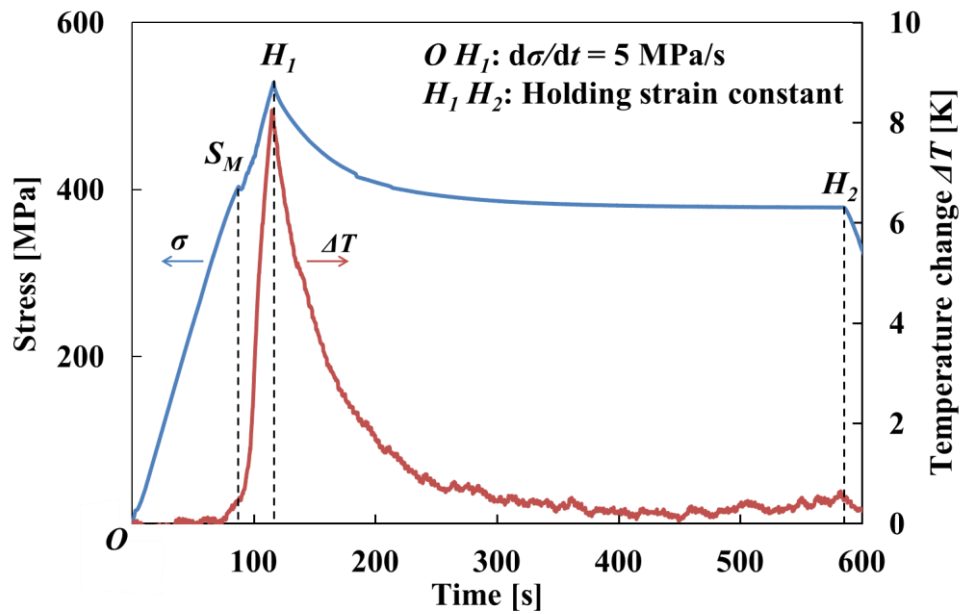


Fig. 6-5 Variation in stress σ and average temperature change ΔT on specimen surface with time during loading under a stress rate of 5 MPa/s till a point H_1 ($\varepsilon_1 = 6\%$) followed by holding strain constant from the point H_1 to a point H_2

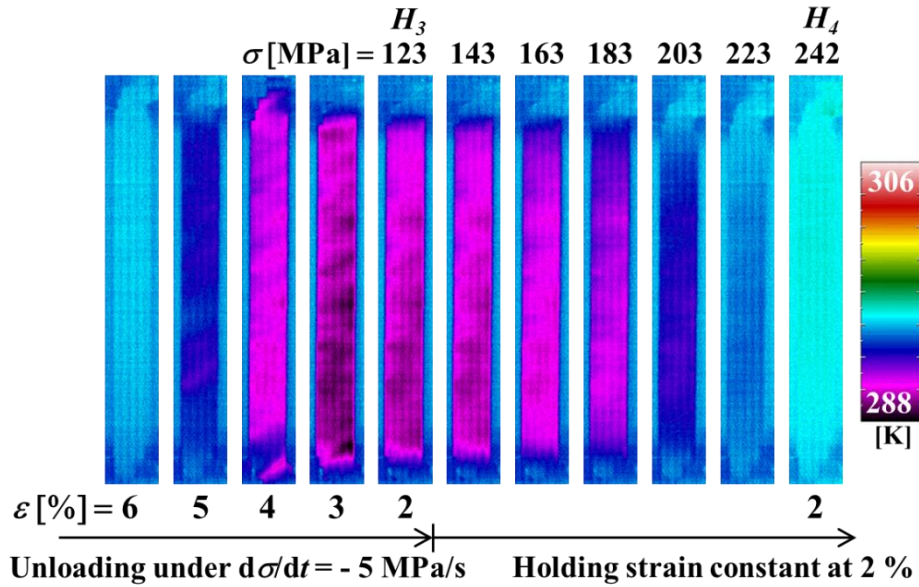


Fig. 6-6 Thermograms of temperature distribution on specimen surface at various strains ε during unloading under a stress rate of - 5 MPa/s till a point H_3 ($\varepsilon_3 = 2$ %) followed by holding strain constant till a point H_4

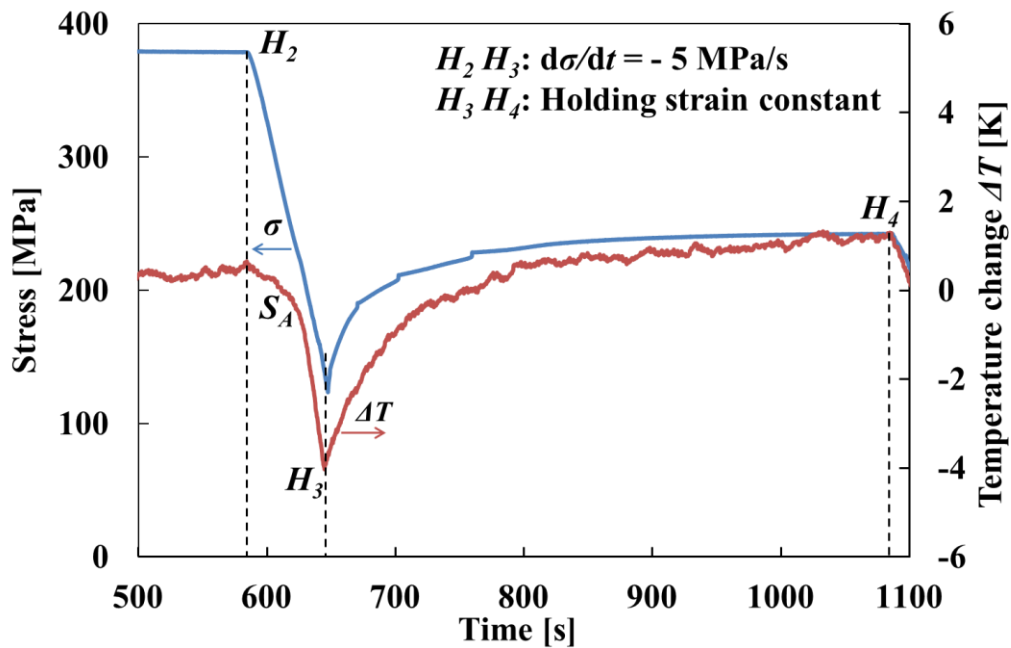


Fig. 6-7 Variation in stress σ and average temperature change ΔT on specimen surface with time during unloading under a stress rate of - 5 MPa/s till a point H_3 ($\varepsilon_3 = 2$ %) followed by holding strain constant from the point H_3 to a point H_4

6.3.4 応力制御サブループ負荷における変態誘起応力緩和および応力回復の進展条件

図 6-8 に (1) 低ひずみ速度の応力-ひずみ線図を破線で、(2) 一定応力速度で負荷した後あるひずみにおいてひずみを保持し、その後一定応力速度で除荷しあるひずみにおいてひずみを保持した場合に生じる応力緩和および応力回復の応力-ひずみ線図を実線でそれぞれ示す。図 6-9 には応力制御のサブループ負荷において応力緩和および応力回復が生じる場合の応力-温度経路を応力-温度相図上に示す。図 6-8 と図 6-9 における記号 A, B, C, D, E, F はそれぞれ対応している。

図 6-8 において、低ひずみ速度の場合、M 変態および逆変態は一定の応力下で進展する (a → b, c → d)。この場合にはひずみ速度が低く、変態による熱が周囲に逃げる時間が十分にあるため試験片の温度変化が少なく、一定応力下で両変態は進展する。一方、実験結果よりわかるように、応力制御で負荷除荷した場合、図 6-9 に示すように変態開始点 A (S_M) および点 D (S_A) においてひずみ速度が高くなるため、AB 間および DE 間において試験片の温度が変化し、その後ひずみを保持すると、結果として変態誘起応力緩和 (点 BC 間) および応力回復 (点 EF 間) が生じる。応力緩和および応力回復においては、ひずみを保持した場合に応力の変動が生じる。ひずみの変化 $\Delta\varepsilon$ を弾性ひずみの変化 $\Delta\varepsilon^e$ と変態ひずみの変化 $\Delta\varepsilon^t$ からなると考えると、ひずみ保持の場合 $\Delta\varepsilon = \Delta\varepsilon^e + \Delta\varepsilon^t = 0$ となる。温度変化に基づいて変態ひずみの変化 $\Delta\varepsilon^t$ が生じると、弾性ひずみの変化は $\Delta\varepsilon^e = -\Delta\varepsilon^t$ となる。弾性ひずみの変化 $\Delta\varepsilon^e$ と応力の変化 $\Delta\sigma$ の間には $\Delta\varepsilon^e = \Delta\sigma / E$ の関係式が成立する。ここで、 E は弾性係数を表す。したがって、応力の変化 $\Delta\sigma = -E\Delta\varepsilon^t$ となる。このように、一定ひずみ下で変態が進展することにより応力が変動する。

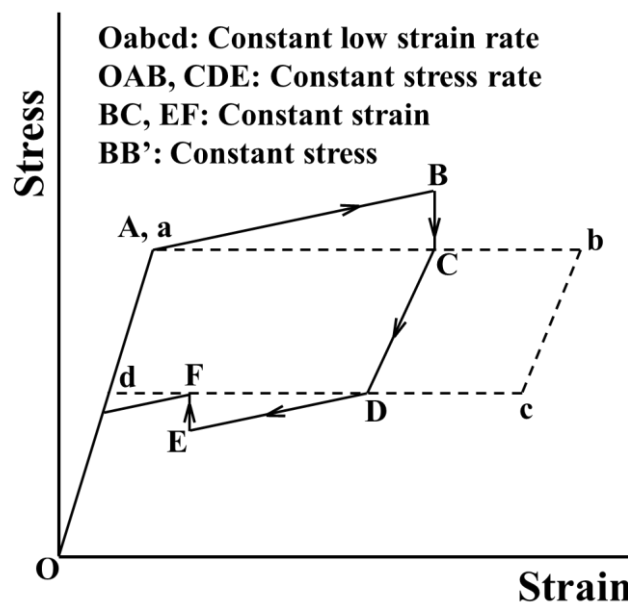


Fig. 6-8 Stress-strain diagrams under (1) the strain-controlled condition (broken line) and (2) the stress-controlled condition (solid line) in the subloop loading

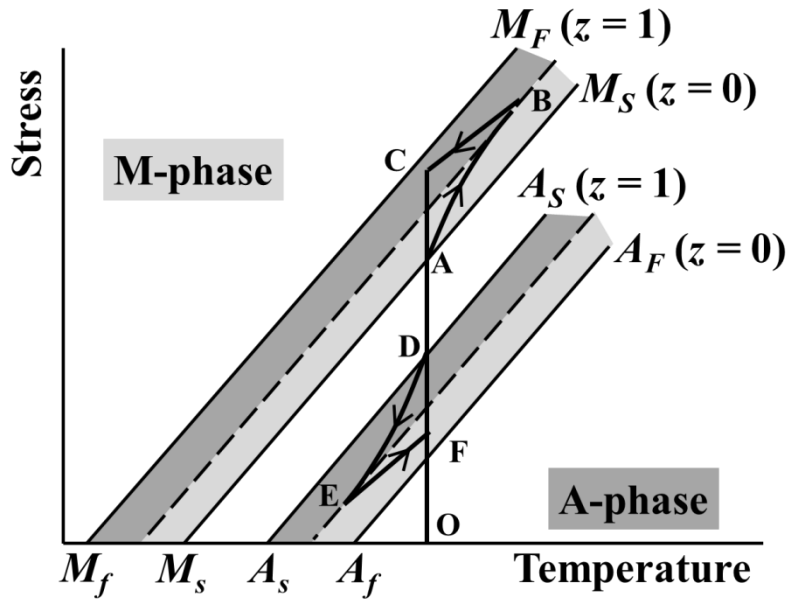


Fig. 6-9 Stress-temperature paths for stress relaxation and stress recovery in the stress-controlled subloop loading (BC, EF: constant strain) on stress- temperature phase diagram

6.3.5 応力緩和および応力回復に与える応力速度の影響

異なる応力速度 $d\sigma/dt$ のサブループ負荷に関して、負荷時については保持ひずみ $\varepsilon_1 = 6\%$ 、除荷時については保持ひずみ $\varepsilon_3 = 2\%$ の実験で得られた応力-ひずみ曲線を図 6-10 に示す。図 6-10 からわかるように、負荷過程において、応力速度 $d\sigma/dt$ が高いほど、上部降伏域における M 変態の温度上昇が大きく、点 H_1 における応力は高くなる。一方、点 H_2 における応力は応力速度に依存せずほぼ同じ値になる。この結果として、点 H_1 から H_2 への応力緩和量は応力速度が高いほど大きくなる。除荷過程においては、応力速度 $d\sigma/dt$ が高いほど、下部降伏域における逆変態の温度降下が大きく、点 H_3 における応力は低くなる。一方、点 H_4 における応力は応力速度に依存せずほぼ同じ値になる。この結果として、点 H_3 から H_4 への応力回復量は応力速度が高いほど大きくなる。

以上の実験結果から明らかになったように、負荷除荷過程の温度変化に伴い、一定応力およびひずみ保持下で変態の進展に伴いクリープとクリープ回復および応力緩和と応力回復が現れる。したがって、SMA の応用においては、SMA 素子の雰囲気媒体の温度変化に伴い変形量（ストローク）や回復力を制御することが多いけれども、雰囲気媒体の温度が変化しなくても応力制御のサブループ負荷では SMA のストロークや回復力は変化することに注意して SMA 素子を設計する必要がある。

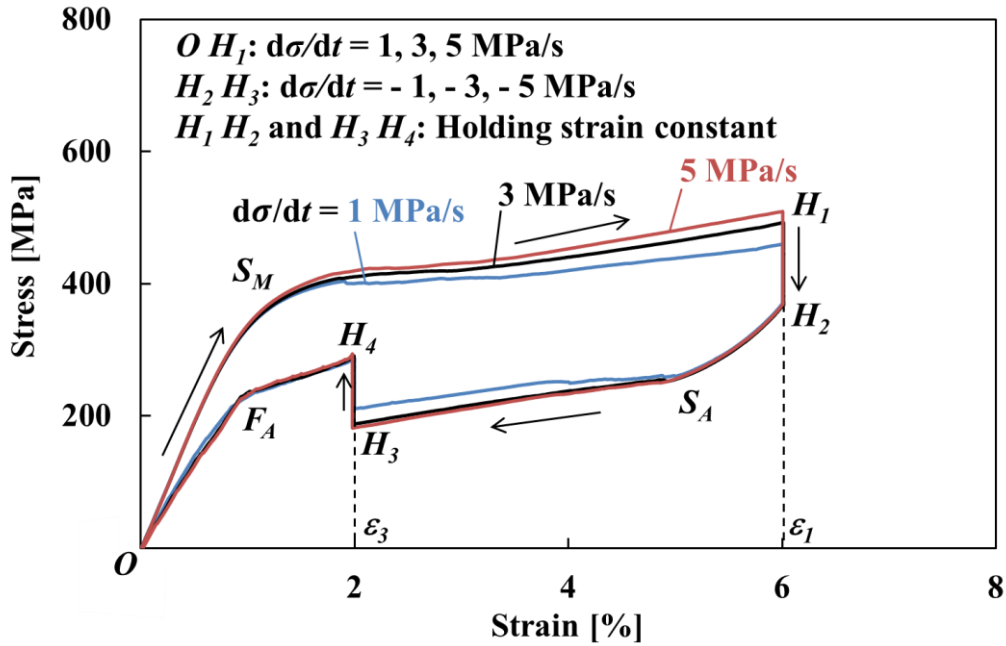


Fig. 6-10 Stress-strain curves obtained by the test under various stress rates $d\sigma/dt$ till a point H_1 followed by holding strain constant at $\varepsilon_1 = 6\%$ and thereafter unloaded till a point H_3 followed by holding strain constant at $\varepsilon_3 = 2\%$

6.4 結 言

TiNi SMA 薄帯材について単軸引張試験により超弾性変形の応力制御サブグループ負荷における変態誘起応力緩和および応力回復の特性を、マイクロ스코プおよびサーモグラフィにより観察した試験片表面の変態帯と温度分布の変化に基づき検討した。また、種々の応力速度に関する応力緩和および応力回復の特性を調べた。得られた主要な結果は、次の通りである。

1. 負荷過程において、応力速度一定で負荷すると M 変態開始点以降においては、ひずみ速度が高くなり、M 変態の発熱反応による熱が周囲に逃げる時間がないため材料の温度は上昇し、その後ひずみを保持すると、周囲空気により冷却されるため材料の温度は降下して M 変態が進展することにより、応力緩和が生じる。
2. 除荷過程において、応力速度一定で除荷すると、負荷過程と同様に、逆変態開始点以降において、逆変態の吸熱反応により材料の温度は降下し、その後ひずみを保持すると、周囲空気により加熱されるため材料の温度は上昇して逆変態が進展することにより、応力回復が生じる。
3. 試験片表面の平均温度は、ひずみ保持の過程において、初期に著しく変化し、その後徐々に初期の平均温度に戻る。この温度変化に対応し、応力緩和および応力回復はひずみ保持過程の初期に大きく現われ、その後応力は徐々に一定値に飽和する。

4. 応力速度が高いほど負荷過程における応力緩和および除荷過程における応力回復は大きくなる。
5. 応力制御のサブループ負荷においてはひずみ速度が高くなり、SMA の雰囲気媒体の温度が一定であっても負荷除荷過程における変態に伴い SMA では温度変化が生じ、一定ひずみ保持下で応力緩和および応力回復が現れるので、SMA 素子の設計においてはこれらの点を考慮することが重要である。

参考文献

- (1) Pieczyska, E.A., Tobushi, H., Nowacki, W.K., Gadaj, S.P. and Sakuragi, T. : Subloop Deformation Behavior of NiTi Shape Memory Alloy Subjected to Stress-Controlled Loadings, 2007, Materials Transactions, Vol. 48, No. 10, pp. 2679-2686.
- (2) J. Perkins, ed. : Shape Memory Effects in Alloys, 1975, Plenum Press.
- (3) 船久保熙康編：形状記憶合金，1984，産業図書.
- (4) 清水謙一，入江正浩，唯木次男：記憶と材料；入門形状記憶材料，1986，共立出版.
- (5) 形状記憶合金用途開発委員会編：形状記憶合金とその使い方，1987，日刊工業新聞社.
- (6) 鈴木雄一：実用形状記憶合金，1987，工業調査会.
- (7) T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel and C.M. Wayman, eds. : Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, 1990, Butterworth-Heinemann.
- (8) 田中喜久昭，戸伏壽昭，宮崎修一：形状記憶合金の機械的性質，1993，養賢堂.
- (9) C. Youyi and T. Hailing, ed. : Shape Memory Materials '94, 1994, Proceedings of the International Symposium on Shape Memory Materials, International Academic Publishers.
- (10) 宮崎修一，佐久間俊雄，渋谷壽一編：形状記憶合金の特性と応用展開，2001，シーエムシー社.
- (11) M. Leonowicz and D. Oleszak, eds. : Smart Materials for Smart Devices and Structures, 2009, Trans Tech Publications, pp. 47-76.
- (12) C. Cismasiu, ed. : Shape Memory Alloys, 2010, Sciyo.
- (13) M. Richert, ed. : Novel Materials, Coats and Nanoengineering, 2011, Trans Tech Publications, pp. 213-230.

第7章 窒素イオン注入 TiNi 形状記憶合金ワイヤの変形および疲労特性

7.1 緒言

第1章で述べたように、実用において繰返し使用される SMA の最も重要な特性は SMA 素子の使用限界を規定する疲労特性である。近年、TiNi SMA に窒素イオンを注入すると表面硬さが向上することが N. Levintant-Zayonts らにより報告されている⁽¹⁾。このことから、TiNi SMA に窒素イオンを注入すると疲労特性の向上することが期待できる。さらに、窒素イオンの注入により TiNi SMA の表面において、人体に影響がある Ni 濃度が低下することも報告されており、窒素イオン注入は医療応用に期待されている⁽²⁾⁻⁽⁶⁾。しかし、これまでに窒素イオンを注入した TiNi SMA の疲労特性については研究されていない。従って、本研究では、TiNi SMA ワイヤ表面に窒素イオンを注入し、窒素イオン注入による TiNi SMA ワイヤの引張変形特性と曲げ疲労特性への影響について明らかにした。

7.2 実験方法

試験片の変態温度は（株）島津製作所製の示差走査熱量計 DSC-60 を用い、加熱および冷却速度を 4 K/min で計測した。引張試験における変位は標点間距離 50 mm の伸び計を用い測定した。試験速度は一定ひずみ速度 $d\varepsilon/dt = 1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ であり、周囲環境は室温空気中で行った。曲げ疲労試験においては窒素イオン注入された中央の位置が最大曲げひずみとなるように試験片を設置し、試験速度 3.33 Hz、室温空気中で両振り平面曲げ疲労試験を行った。

7.3 実験結果および考察

7.3.1 変形特性

(1) 変態温度

窒素イオン注入なしのワイヤと窒素イオンを $5 \times 10^{16} \text{ J/cm}^2$ と $1 \times 10^{18} \text{ J/cm}^2$ 注入した3種類の SMA ワイヤについての DSC 曲線を図 7-1 に示す。冷却過程において、全てのワイヤで R 相変態のピークが明瞭に現れるが、マルテンサイト変態に基づくピークは明瞭には現れない。イオン注入なしのワイヤに対してイオン注入ありのワイヤではピーク幅は狭くなり、ピーク高さは大きくなる。加熱過程においては、全てのワイヤで M 相から R 相、R 相から A 相への逆変態によるピークが現れる。また冷却過程と同様にピークの形状が変化する。イオン注入量が多くなると、変態温度は高くなる。イオンが注入されるのはワイヤの表面層のみであるが、イオン注入される間ワイヤの温度は上昇する。TiNi SMA の形状記憶熱処理を高い温度で行った場合、変態温度は上昇

する⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾。従って、イオン注入の間、ワイヤの温度が上昇することにより変態温度が上昇したと考えられる。

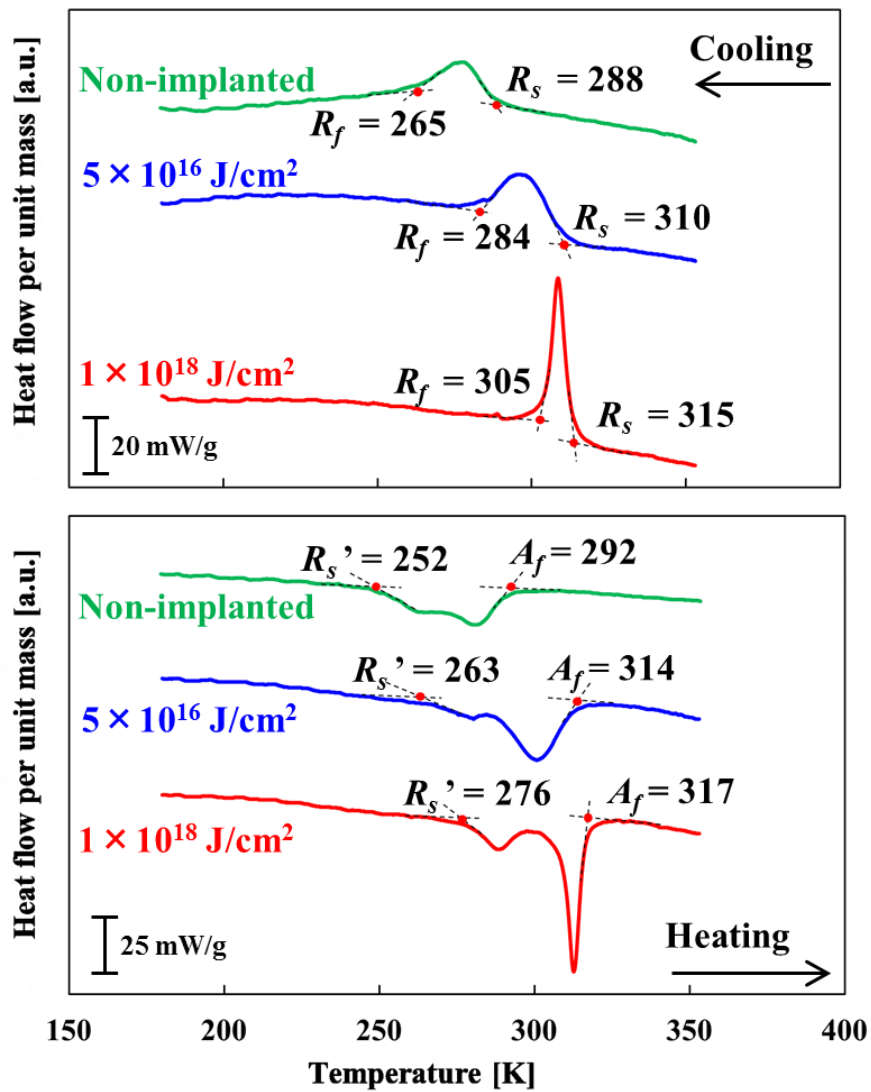


Fig. 7-1 DSC curves of three kinds of wires with non-implanted, $5 \times 10^{16} \text{ J/cm}^2$ and $1 \times 10^{18} \text{ J/cm}^2$ of nitrogen ion implantation

(2) 引張変形特性

3種類のTiNi SMAワイヤについて、室温における引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を図7-2に示す。図中の S_M , F_M , S_A , F_A はそれぞれ、SIMT開始と終了点および逆変態開始と終了点を示す。 ϵ_M はSIMT開始ひずみを示し、 σ_M は上部応力水平段の応力を示す。図7-2に示すようにイオン注入量が多いほど応力水平段の応力は低くなる。窒素イオン注入なしのTiNi SMAワイヤは負荷除荷でヒステリシス曲線を描きSEを示す。窒素イオン注入量 $5 \times 10^{16} \text{ J/cm}^2$ のSMAワイヤは部分超弾性を示し、窒素イオン注入量 $1 \times 10^{18} \text{ J/cm}^2$ のSMAワイヤはSMEを示す。図7-1に示すように、窒素イオン注入量が多くなると逆変態温度 A_s と A_f は高くなる。従って、窒素イオン注入量が多くなると応力水平段の応力が低下し、SEの代わりにSMEの特性が現れる。

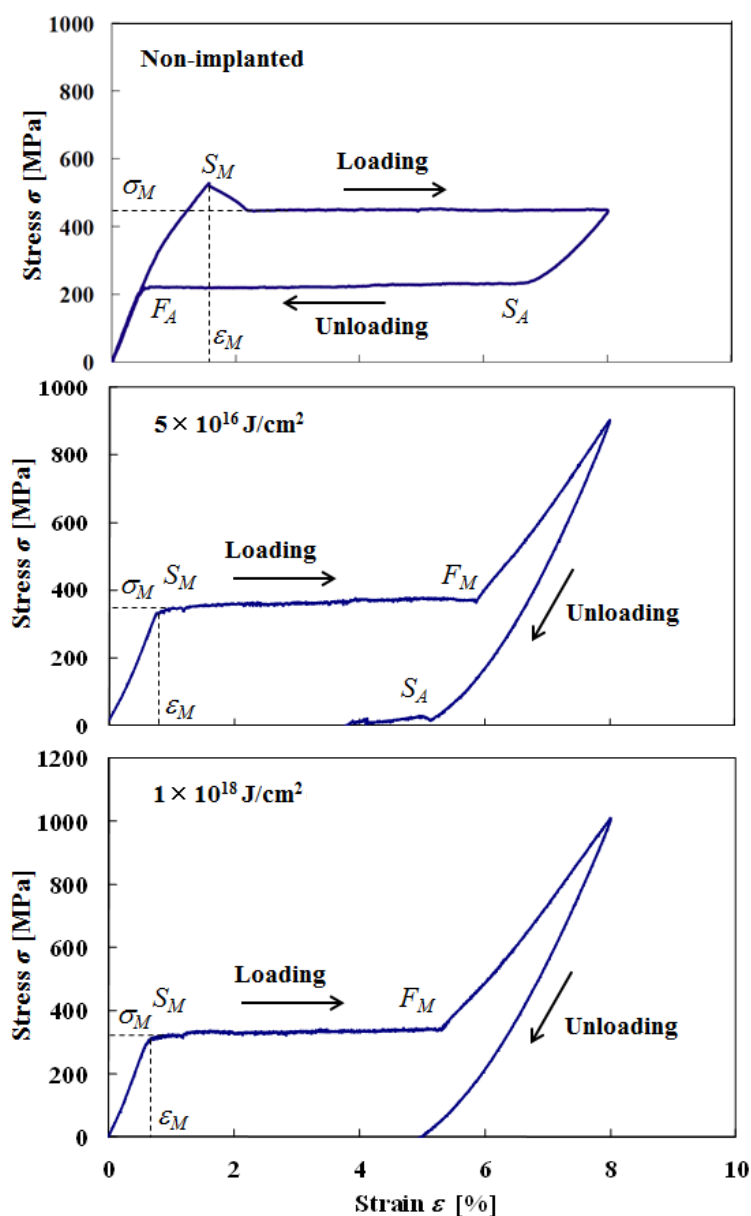


Fig. 7-2 Stress-strain curves of three kinds of wires obtained by the tension test at room temperature

7.3.2 疲労特性

(1) 疲労寿命曲線

3種類のSMAワイヤについて、室温における両振り平面曲げ疲労試験で得られた曲げひずみ振幅と破断繰返し数の関係を図7-3に示す。曲げひずみ振幅が大きい場合、疲労寿命は短くなる。曲げひずみ振幅が4%の場合、3種類のSMAワイヤの疲労寿命はほぼ同じになる。曲げひずみ振幅が小さい場合、窒素イオン注入量が多いほど、疲労寿命は長くなる。

3種類のワイヤの曲げひずみ振幅 ε_a と破断繰返し数 N_f との関係は両対数グラフにおいて直線で表されるので、 ε_a と N_f との関係は次式で表される。

$$\varepsilon_a \cdot N_f^\beta = \alpha \quad (7.1)$$

ここで、 β と α はそれぞれ $\log \varepsilon_a - \log N_f$ 曲線の傾きと $N_f = 1$ での ε_a の値を表す。それぞれの曲線は $\varepsilon_o = 4\%$ 、 $N_o = 4 \times 10^3$ の点を通ると考えると、その関係は次式で表わすことができる。

$$\left(\frac{\varepsilon_a}{\varepsilon_o} \right) \cdot \left(\frac{N_f}{N_o} \right)^\beta = 1 \quad (7.2)$$

式(7.2)による3種類のワイヤについての計算結果を図7-3に実線で示す。実験値との比較から疲労寿命曲線は式(7.2)でうまく評価できることがわかる。

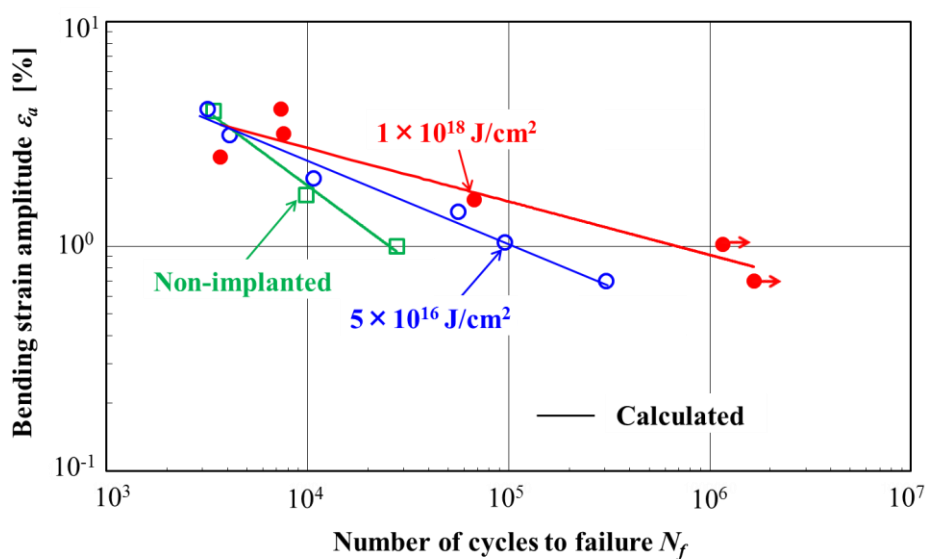


Fig. 7-3 Relationships between the bending strain amplitude and the number of cycles to failure for three kinds of wires obtained by the alternating-plane bending fatigue test

(2) 疲労き裂および破断面

疲労試験で得られたイオン注入量が $5 \times 10^{16} \text{ J/cm}^2$ の SMA ワイヤの曲げひずみ振幅が 1.04 % と 2 % の疲労破断面についてマイクロスコープで撮影した写真を図 7-4 に示す。図 7-4 において、点 C_i は窒素イオン注入の中心と最大曲げひずみの位置を示す。点 F_c は疲労き裂の発生位置を示す。疲労き裂は SMA ワイヤ表面の点 F_c で発生し、中央に向かって進展する。小さな疲労き裂は SMA ワイヤの両側で観察できるが、ひとつの疲労き裂が優先的に成長する。扇形の疲労き裂進展領域が現れた後、最後に不安定破壊が現れる。窒素イオン注入なしの SMA ワイヤについては、点 F_c と点 C_i が一致し、疲労寿命は短い。

疲労き裂発生位置 F_c と最大曲げひずみの位置 C_i のなす角 θ を明確にするため、その模式図を図 7-5 に示す。3 種類のワイヤにおける F_c と C_i のなす角 θ の絶対値 $|\theta|$ と曲げひずみ振幅 ε_a の関係を図 7-6 に示す。図 7-6 からわかるように、イオン注入を施したワイヤでは、ひずみ振幅が大きい場合、き裂発生角 $|\theta|$ は小さくなり、ひずみ振幅が小さい場合、この角度は大きくなる。ここでき裂発生角 $|\theta|$ とひずみ振幅 ε_a の関係は次式で表わすことができる。

$$|\theta| = a \log \varepsilon_a + b \quad (7.3)$$

この関係は次式で表わすことができる。

$$\varepsilon_a = A e^{B|\theta|} \quad (7.4)$$

それぞれの係数はイオン注入量が $5 \times 10^{16} \text{ J/cm}^2$ の場合 $A = 0.042$ で $B = -2.3$ であり、イオン注入量が $1 \times 10^{18} \text{ J/cm}^2$ の場合 $A = 0.043$ で $B = -2.03$ である。イオン注入なしの場合、疲労き裂発生位置と最大曲げひずみの位置はほぼ等しくなる⁽¹⁰⁾。イオン注入を施したワイヤにおいても、ひずみ振幅が大きい場合、き裂発生角 $|\theta|$ は小さくなる。しかし、ひずみ振幅が小さい場合、この角度は大きくなりき裂発生位置は最大曲げひずみの位置と異なり、結果として、疲労寿命が長くなる。これは、ひずみ振幅の小さい範囲においてイオン注入の効果が現れることを意味する。従って、試験片の全ての表面にイオン注入を施すとより長い疲労寿命を得ることができる。

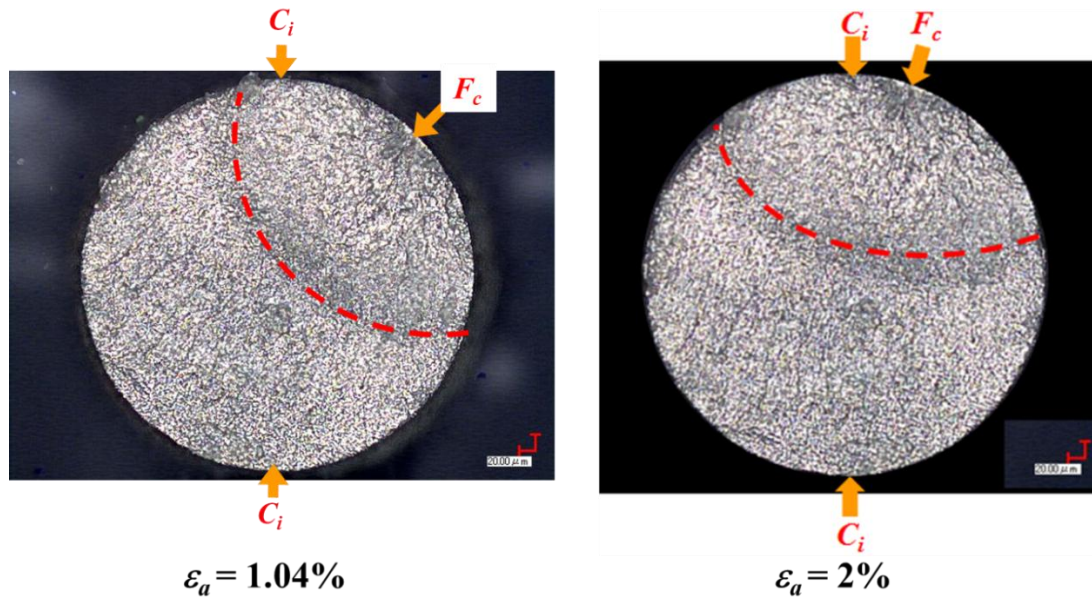


Fig. 7-4 Photographs of a fracture surface of the wire ion-implanted with 5×10^{16} J/cm² dose obtained by the fatigue test for $\varepsilon_a = 1.04\%$ and 2% . C_i : maximum bending strain point at the center of ion implantation, F_c : crack initiation point

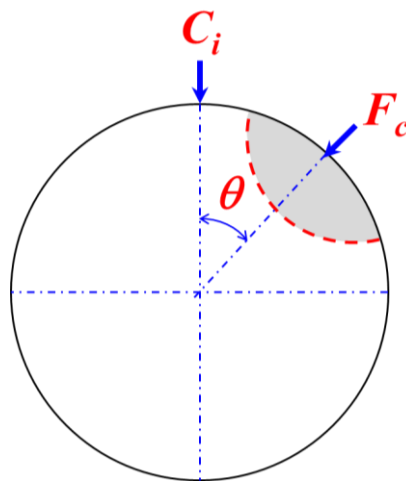


Fig. 7-5 Angle θ at crack initiation point F_c from the maximum bending strain point C_i at the center of ion implantation

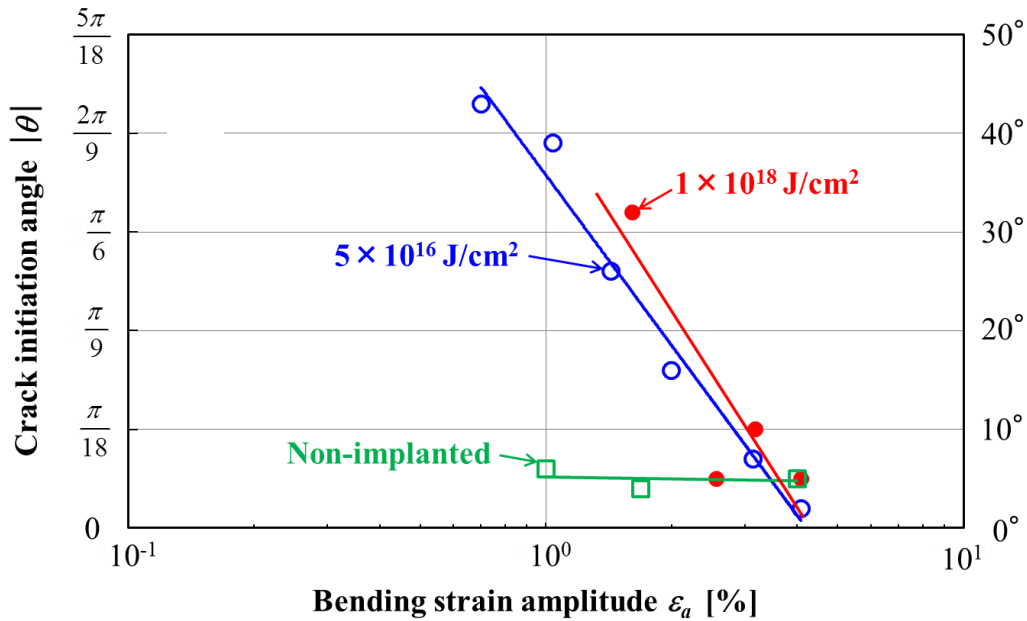


Fig. 7-6 Relationship between angle at crack initiation point $|\theta|$ from maximum bending strain point at the center of ion implantation and bending strain amplitude ε_a

7.3.3 窒素イオン注入の A_f , σ_M および β への影響

ここでは、イオン注入における逆変態終了温度 A_f 、上部応力水平段の応力 σ_M および疲労寿命曲線の傾き β について検討する。前節で述べたように、イオン注入量が多い場合、 A_f は上昇し（図 7-1）、 σ_M は低下し（図 7-2）、 β は小さくなる（図 7-3）。イオン注入による A_f および σ_M への影響は形状記憶熱処理による影響と同様である。形状記憶熱処理温度が高い場合、 A_f は上昇し、 σ_M は低下する⁽⁹⁾。イオン注入なしとイオン注入あり ($I_n = 1 \times 10^{18} \text{ J/cm}^2$) の σ_M と A_f の変化割合 $\Delta\sigma_M / \Delta A_f$ は 5.5 MPa/K である。この値は TiNi SMA の変態線の傾きに近い⁽¹¹⁾。

イオン注入量が少ない場合、イオン注入による A_f 、 σ_M および β への影響は小さい。また、イオン注入量が非常に多い場合、これらの値はある値に飽和すると考えられる。このことを考慮すると、 A_f 、 σ_M および β とイオン注入量 I_n の関係は図 7-7 に示す模式図のようになる。図 7-7 において、 I_0 は A_f 、 σ_M および β に対してイオン注入の影響が現れ始めるイオン注入量であり、 I_0 よりイオン注入量が少ない領域では A_f 、 σ_M および β の変化は小さい。 I_s は A_f 、 σ_M および β に対してイオン注入の影響が飽和するイオン注入量であり、 I_s よりイオン注入量が多い領域では A_f 、 σ_M および β の変化は小さい。これら A_f 、 σ_M および β は I_0 と I_s の間の領域において変化すると考えられる。

実験より得られた A_f 、 σ_M および β とイオン注入量 I_n の関係を図 7-8 に示す。図 7-8 において、 I_0 は $2 \times 10^{13} \text{ J/cm}^2$ に存在すると仮定し、 A_f 、 σ_M および β の変化は次の式で表される。

$$\begin{aligned}
 A_f &= a_A \log_{10}(I_n / I_o) + b_A \\
 \sigma_M &= a_\sigma \log_{10}(I_n / I_o) + b_\sigma \\
 \beta &= a_\beta \log_{10}(I_n / I_o) + b_\beta
 \end{aligned}
 \tag{7.5}$$

それぞれの係数は $a_A = 5.43$ K, $b_A = 291$ K, $a_\sigma = -31.4$ MPa, $b_\sigma = 444$ MPa, $a_\beta = -0.0921$ and $b_\beta = 0.673$ である. 計算された I_o と I_s はそれぞれ 2×10^{13} J/cm² と 1×10^{18} J/cm² なる. I_o と I_s の詳細については今後の研究課題である.

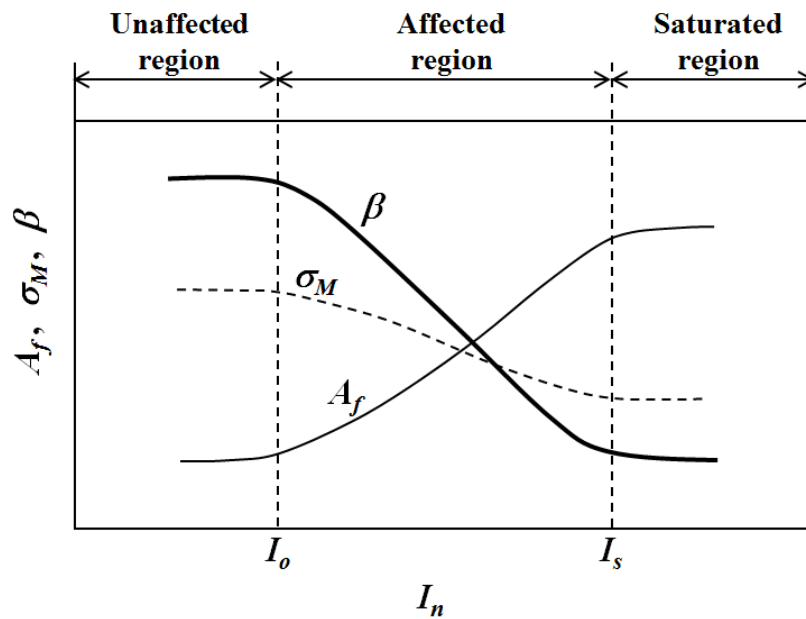


Fig. 7-7 Schematic dependence of A_f , σ_M and β on I_n

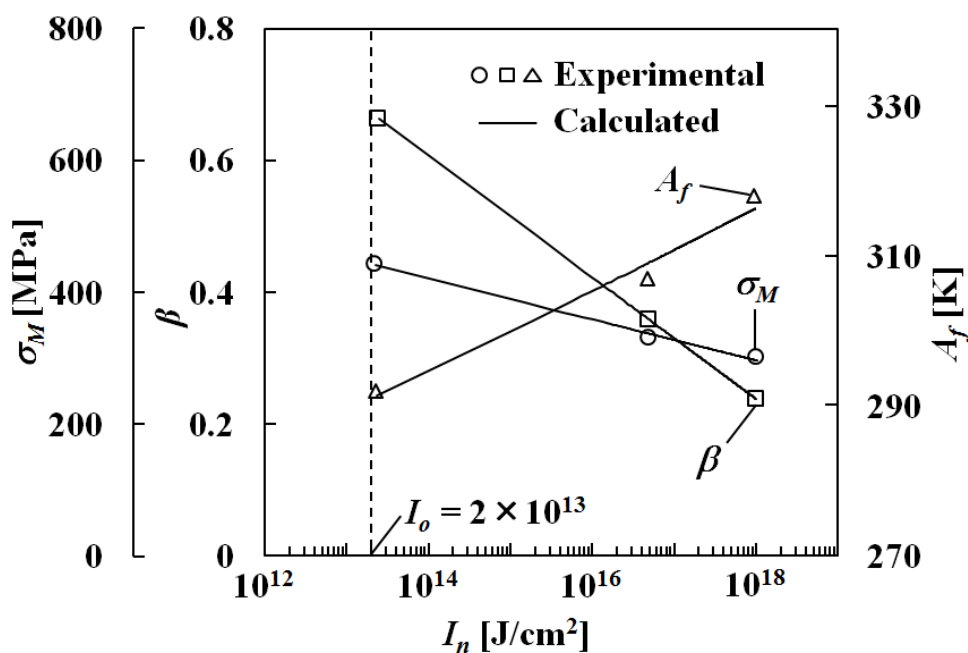


Fig. 7-8 Dependence of A_f , σ_M and β on I_n

7.4 結 言

対向する2方向から窒素イオンを注入した TiNi SMA ワイヤについて、イオン注入による引張変形と曲げ疲労特性に対する影響を検討した。得られた結果の要点は下記の通りである。

1. イオン注入量が多くなると、変態温度は上昇する。
2. イオン注入量に比例して上部および下部応力水平段の応力が低下し、イオン注入なしの SE に代わって SME が現れる。
3. 大きな曲げひずみ振幅では疲労寿命は短くなる。ひずみ振幅が 4 % の場合、イオン注入の有無にかかわらず全てのワイヤの疲労寿命は、ほぼ同じになる。ひずみ振幅が小さい場合、イオン注入量が多いほど、疲労寿命は長くなる。
4. 疲労き裂は SMA ワイヤ表面で発生し、扇形の疲労き裂進展領域となるように中央に向かって進展する。小さなひずみ振幅の領域においてイオン注入量が多い場合、疲労き裂の発生位置は最大曲げひずみの位置と異なるため、結果として疲労寿命は長くなる。

参考文献

- (1) Neonila Levintant-Zayonts, S. Kucharski : Surface Characterization and Wear Behavior of Ion Implanted NiTi Shape Memory Alloy, 2009, Vacuum, Vol. 83, pp. S220-S223.
- (2) J. Perkins, ed. : Shape Memory Effects in Alloys, 1975, Plenum Press.
- (3) 船久保熙康編 : 形状記憶合金, 1984, 産業図書.
- (4) 鈴木雄一 : 実用形状記憶合金, 1987, 工業調査会.
- (5) C. Cismasiu, ed. : Shape Memory Alloys, 2010, Sciyo.
- (6) 大塚和弘 : 合金のマルテンサイト変態と形状記憶効果, 2012, 内田老鶴圃.
- (7) K. Otuka and X. Ren : Physical Metallurgy of Ti-Ni-based Shape Memory Alloys, 2005, Progress in Materials Science, Vol. 50, pp. 511-678.
- (8) Xu Huang and Yong Liu : Effect of Annealing on the Transformation Behavior and Superelasticity of TiNi Shape Memory Alloy, 2001, Scripta Materialia, Vol. 45, pp. 153-160.
- (9) 稲葉明俊, 木村君男, 岩永弘之, 戸伏壽昭 : TiNi 形状記憶合金の力学的性質の研究 ; 変態擬弾性の繰返し特性の実験, 1989, 日本機械学会論文集 A 編, 55 巻 511 号, pp. 628-633.
- (10) R. Matsui, H. Tobushi, Y. Furuichi and H. Horikawa : Tensile Deformation and Rotating-Bending Fatigue Properties of a Highelastic Thin Wire, a Superelastic Thin Wire, and a Superelastic Thin Tube of NiTi Alloys, 2004, Trans. ASME, J. Eng. Mater. Tech., Vol. 126, pp. 384-391.
- (11) K. Tanaka, F. Nishimura and H. Tobushi : Transformation Start Lines in TiNi and Fe-based Shape Memory Alloys after Incomplete Transformations Induced by Mechanical and/or Thermal Loads, 1995, Mech. Mater., Vol. 19, pp. 271-280.

第 8 章 結 論

本研究では TiNi SMA の実用において重要であるサブグループ負荷における超弾性変形特性，変態誘起クリープとクリープ回復特性，変態誘起応力緩和と応力回復特性および窒素イオン注入が変形特性と曲げ疲労特性に与える影響について解明した．超弾性変形，変態誘起クリープとクリープ回復および変態誘起応力緩和と応力回復については試験片表面に現れる変態帯および試験片表面の温度の局所的な変化に基づきその変形特性を解明した．窒素イオン注入が変形特性と曲げ疲労特性に与える影響については，引張変形特性と SMA の曲げ疲労特性試験用に開発された試験機により曲げ疲労特性およびその疲労破断面よりイオン注入量と疲労寿命の関係を明らかにした．

本論文は全 8 章から構成され，その内容を章ごとに要約すると次のようになる．

第 1 章では，SMA の特徴や応用例，従来研究について述べ，SMA の実用において重要なサブグループ変形特性および疲労特性について説明した．

第 2 章では，SMA の応力-ひずみ-温度線図を示し，形状記憶効果と超弾性特性を説明した．また，応力-ひずみ-温度の関係を表す構成式を示し，変態の進展条件について説明した．さらにサブグループ負荷のひずみ制御および応力制御における変形特性について説明した．

第 3 章では，試験片と実験装置について説明した．

第 4 章では，TiNi SMA 薄板材の引張試験により種々のサブグループにおける超弾性変形の特性をサーモグラフィによる局所的な温度変化とマイクロスコープによる M 変態帯の表面観察に基づいて調べた．第 4 章で示した主な結果は以下のとおりである．

1. 応力速度が低い場合，上部応力水平段からの除荷の初期においては M 変態帯の進展によりひずみが増加する．
2. 応力速度一定でひずみ 2 % まで負荷し，上部応力水平段においてこの時の応力を一定に保持すると M 変態帯の進展によりクリープひずみが生じる．一定応力下で生じるクリープひずみ速度はほぼ一定である．この場合の M 相の体積分率はひずみの増加に比例して増加する．
3. 応力水平段からの負荷・除荷でひずみ変動する場合，再負荷の応力-ひずみ曲線で回帰点記憶が現れる．M 変態帯の拡大と縮小は，先行する過程において現れている変態帯の境界が起点となって進展する．

4. 変態帯境界の引張軸との傾き角は標点間のアスペクト比が 5 の場合には 33° であり、アスペクト比が 10 の場合には試験片中心部では 42° であり、つかみ部近傍では 37° である。

第 5 章では、応力制御サブループ負荷における変態誘起クリープおよびクリープ回復特性をマイクロSCOPEおよびサーモグラフィにより観察した試験片表面の変態帯と温度分布の局所的な変化に基づき検討した。また、応力保持開始ひずみが応力保持過程におけるひずみ速度に与える影響を調べた。第 5 章で示した主な結果は以下のとおりである。

1. 応力速度一定で上部または下部応力水平段の応力保持開始ひずみまで負荷または除荷しその応力を保持すると、変態の進展によりクリープまたはクリープ回復が現れる。応力保持過程において変態ひずみが大きいほど変態による発熱または吸熱反応による温度変化が大きくなり、応力保持過程におけるひずみ速度は高くなる。
2. クリープ速度およびクリープ回復速度と各変態ひずみの関係は、ほぼ比例関係となる。
3. 外部からの加熱冷却ではなく負荷除荷による発熱吸熱の変態により一定応力下で変形が生じるため、SMA 素子の設計においてはこれらの点を考慮することが重要である。

第 6 章では、応力制御サブループ負荷における変態誘起応力緩和および応力回復の特性を、マイクロSCOPEおよびサーモグラフィにより観察した試験片表面の変態帯と温度分布の局所的変化に基づき検討した。また、種々の応力速度に関する応力緩和および応力回復の特性を調べた。第 6 章で示した主な結果は以下のとおりである。

1. 負荷過程において、応力速度一定で負荷すると M 変態開始点以降においては、ひずみ速度が高くなり、M 変態の発熱反応による熱が周囲に逃げる時間がないため材料の温度は上昇し、その後ひずみを保持すると、周囲空気により冷却されるため材料の温度は降下して M 変態が進展することにより、応力緩和が生じる。
2. 除荷過程において、応力速度一定で除荷すると、負荷過程と同様に、逆変態開始点以降において、逆変態の吸熱反応により材料の温度は降下し、その後ひずみを保持すると、周囲空気により加熱されるため材料の温度は上昇して逆変態が進展することにより、応力回復が生じる。
3. 応力緩和および応力回復はひずみ保持過程の初期に大きく現われ、その後応力は徐々に一定値に飽和する。
4. 応力制御のサブループ負荷においてはひずみ速度が高くなり、SMA の雰囲気媒体の温度が一定であっても負荷除荷過程における変態に伴い SMA では温度変化が生じ、一定ひずみ保

持下で応力緩和および応力回復が現れるので、SMA 素子の設計においてはこれらの点を考慮することが重要である。

第 7 章では、対向する 2 方向から窒素イオンを注入した TiNi SMA ワイヤについて、イオン注入による引張変形と曲げ疲労特性に対する影響を検討した。第 7 章で得られた結果の要点は下記の通りである。

1. イオン注入量が多くなると、変態温度は上昇し、上部および下部応力水平段の応力が低下し、イオン注入なしの SE に代わって SME が現れる。
2. 大きな曲げひずみ振幅では疲労寿命は短くなる。ひずみ振幅が 4 % の場合、イオン注入の有無にかかわらず全てのワイヤの疲労寿命は、ほぼ同じになる。ひずみ振幅が小さい場合、イオン注入量が多いほど、疲労寿命は長くなる。
3. 疲労き裂は SMA ワイヤ表面で発生し、扇形の疲労き裂進展領域となるように中央に向かって進展する。小さなひずみ振幅の領域においてイオン注入量が多い場合、疲労き裂の発生位置は最大曲げひずみの位置と異なるため、結果として疲労寿命は長くなる。

第 8 章では、本研究で得られた成果を章ごとに総括した。

本研究では SMA の実用において重要なサブグループ負荷における変形特性と窒素イオン注入が曲げ疲労特性に与える影響について解明したが、本研究は現時点で完了したとは言えず、まだ今後の実験・研究の余地を十分に残している。特に、サブグループ負荷における変形特性については、応力保持過程とひずみ保持過程におけるひずみ速度と試験片温度、応力緩和量と試験片温度の関係を詳細に検討する必要がある。また、窒素イオン注入による疲労強度の向上は TiNi SMA の実用上最も重要な課題であり、今後の更なる研究と応用の発展を期待する。

謝 辞

本論文は愛知工業大学工学部機械学科の戸伏壽昭教授の終始懇切なご指導とご鞭撻の下にまとめることのできたものであり、心より深くお礼申し上げます。

本論文をまとめるに当たり、数々の貴重な助言やご指導を賜りました愛知工業大学工学部機械学科の松室昭仁教授、高木誠教授、谷本隆一教授、松井良介講師に深くお礼申し上げます。

ポーランド科学アカデミィ・基盤技術研究所の Dr. Elzbieta A. Pieczyska に TiNi SMA のサブブループレ変形特性の研究に協力を得て、Dr. Stanislaw Kucharski には窒素イオン注入の疲労特性の研究に協力を得たことを記し、心より深く感謝する。また、本研究を行うに当り TiNi SMA の特性に関して貴重な助言と討論を頂いた名古屋大学の池田忠繁准教授、愛知教育大学の北村一浩准教授、三重大大学の稲葉忠司准教授、吉川高正助教、吉見製作所株式会社の吉見幸春代表取締役にも深く感謝する。

試験片作製に対しては愛知工業大学技術員の松永英雄氏に心より深く感謝する。

本研究の遂行に多くのご協力を頂いた愛知工業大学大学院工学研究科機械工学専攻の竹ノ内良輔氏、福森篤始氏、本馬慎一氏をはじめ戸伏研究室の学生諸氏に心より感謝する。

最後に、本研究の一部は日本学術振興会とポーランド科学アカデミィによる 2 国間共同研究、日本学術振興会の科学研究費補助金・基盤研究 (C) 、内藤科学技術振興財団の研究助成金および愛知工業大学のグローバル人材育成支援事業研究活動事業基盤的研究事業の補助を受けたことを記し謝意を表す。

研究業績

論文題目	公表の方法及び時期	著者
I. 本研究に関する著書		
(i) Mechanical Properties of Shape Memory Materials	Nova Science Publishers, Inc. (2013年4月)	Hisaaki Tobushi, Ryosuke Matsui, Kohei Takeda and Elzbieta A. Pieczyska
II. 本研究に係る論文		
(1) 学術論文		
(i) TiNi 形状記憶合金のサブループ超弾性変形	日本機械学会論文集 (A 編), 77 巻 781 号, pp. 1509-1517 (2011 年 9 月)	武田 亘平, 戸伏 壽昭, 宮本 浩 司, Elzbieta A. Pieczyska
(ii) Superelastic Deformation of TiNi Shape Memory Alloy Subjected to Various Subloop Loadings	Materials Transactions, Vol. 35, No. 1, pp. 217-223 (2012 年 4 月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Kouji Miyamoto and Elzbieta A. Pieczyska
(iii) Transformation-Induced Creep and Creep Recovery of Shape Memory Alloy	Materials, Vol. 5, pp. 909-921 (2012 年 5 月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Elzbieta A. Pieczyska
(iv) 種々の負荷履歴に関する TiNi 形状記憶合金の超弾性変形	愛知工業大学総合技術研究所 研究報告, 第 14 号, pp. 73-80 (2012 年 9 月)	武田 亘平, 戸伏 壽昭
(v) Influence of Nitrogen Ion Implantation on Deformation and Fatigue Properties of TiNi Shape-Memory Alloy Wire	Archives of Mechanics, Vol. 65, No. 5, pp. 391-405 (2013 年 5 月)	K. Takeda, K. Mitsui, H. Tobushi, N. Levintant-Zayonts and S. Kucharski
(vi) Creep and Creep Recovery under Stress-Controlled Subloop Loading in TiNi Shape Memory Alloy	Archives of Mechanics, Vol. 65, No. 5, pp. 429-444 (2013 年 5 月)	K. Takeda, R. Matsui, H. Tobushi and E. A. Pieczyska
(vii) Subloop Deformation Properties of Shape Memory Alloy	Encyclopedia of Thermal Stresses, ed. by Hetnarski Richard B., Springer (2013 年 11 月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi
(viii) 応力制御サブループ負荷における TiNi 形状記憶合金の応力緩和および応力回復	日本機械学会論文集 (A 編), Vol. 80, No. 809, p. SMM0002, pp. 1-11 (2014 年 1 月)	武田 亘平, 松井 良介, 戸伏 壽昭

論文題目	公表の方法及び時期	著者
(ix) Transformation-Induced Relaxation and Stress Recovery of TiNi Shape Memory Alloy	Materials, (2014年), (印刷中)	Kohei Takeda, Ryosuke Matsui, Hisaaki Tobushi and Elzbieta A. Pieczyska
(2) 口頭発表		
(i) TiNi 形状記憶合金のサブグループ変形挙動	日本機械学会 M&M 2011 材料力学カンファレンス, 講演論文集, 論文 No. OS2112, pp. 1-3 (2011年7月)	武田亘平, 戸伏壽昭, 宮本浩司
(ii) TiNi 形状記憶合金の超弾性変形と変態帯の観察	日本実験力学会 分科会合同ワークショップ 2011, 講演論文集, pp. 36-40 (2011年12月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(iii) 形状記憶合金の変形特性と局所変形の測定	日本非破壊検査協会第 43 回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム, 講演論文集, pp. 107-112 (2012年1月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(iv) TiNi 形状記憶合金のサブグループ変形の負荷履歴依存性	日本金属学会 2012 年春期講演大会, 講演概要, p. 177 (2012年3月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(v) TiNi 形状記憶合金のサブグループ負荷におけるクリープ変形	日本実験力学会 2012 年度年次講演会, 講演論文集, No. 12, pp. 283-284 (2012年7月)	福森篤始, 武田亘平, 戸伏壽昭
(vi) 応力変動を受ける TiNi 形状記憶合金の超弾性変形	日本機械学会 2012 年度年次大会, 講演論文集, No. 12-1, 論文 No. J044053, pp. 1-5 (2012年9月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(vii) 窒素イオン注入による TiNi 形状記憶合金の疲労特性への影響	日本材料学会 東海支部第 7 回学術講演会, 講演論文集, pp. 9-10 (2013年3月)	武田亘平, 戸伏壽昭, N. Levintant-Zayonts, S. Kucharski
(viii) 応力制御のサブグループ負荷における TiNi 形状記憶合金の変形挙動	日本材料学会 東海支部第 7 回学術講演会, 講演論文集, pp. 33-34 (2013年3月)	福森篤始, 武田亘平, 戸伏壽昭
(ix) 形状記憶合金の変形および疲労特性に対する窒素イオン注入の影響	日本機械学会 東海支部第 62 期総会・講演会, 講演論文集, No. 133-1, pp. 299-300 (2013年3月)	武田亘平, 戸伏壽昭, N. Levintant-Zayonts, S. Kucharski
(x) TiNi 形状記憶合金の変態誘起クリープおよびクリープ回復	日本機械学会 東海支部第 62 期総会・講演会, 講演論文集, No. 133-1, pp. 303-304 (2013年3月)	福森篤始, 武田亘平, 戸伏壽昭

論文題目	公表の方法及び時期	著者
(xi)TiNi 形状記憶合金のサブグループ負荷における変態誘起クリープおよびクリープ回復特性	日本金属学会 2013 年春期講演大会, 講演概要, p. 223 (2013 年 3 月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(xii)TiNi 形状記憶合金の応力制御サブグループ負荷におけるクリープおよびクリープ回復変形特性	日本機械学会 2013 年度年次大会, 講演論文集, No. 13-1, 論文 No. J045062, pp. 1-4 (2013 年 9 月)	武田亘平, 松井良介, 戸伏壽昭
(xiii) 窒素イオン注入を施した TiNi 形状記憶合金の熱・力学特性	日本機械学会 M&M 2013 材料力学カンファレンス, 講演論文集, No. 13-8, 論文 No. OS1606, pp. 1-3 (2013 年 10 月)	武田亘平, 戸伏壽昭, N. Levintant-Zayonts, S. Kucharski
(xiv) サブグループ負荷における TiNi 形状記憶合金のクリープおよびクリープ回復	日本機械学会 M&M 2013 材料力学カンファレンス, 講演論文集, No. 13-8, 論文 No. OS1607, pp. 1-3 (2013 年 10 月)	福森篤始, 武田亘平, 松井良介, 戸伏壽昭
(xv) 窒素イオン注入による TiNi 形状記憶合金の疲労特性向上	形状記憶合金協会 SMA シンポジウム 2013, 講演概要集, pp. 61-63 (2013 年 11 月)	武田亘平, 松井良介, 戸伏壽昭
(xvi) 負荷速度が変動する場合の TiNi 形状記憶合金の変形挙動	形状記憶合金協会 SMA シンポジウム 2013, ポスターセッション (2013 年 11 月)	武田亘平, 松井良介, 戸伏壽昭
III. その他の論文		
(1) 学術論文		
(i) 形状記憶合金テープにより駆動する回転アクチュエータ	愛知工業大学総合技術研究所 研究報告, 第 14 号, pp. 73-80 (2011 年 9 月)	武田亘平, 戸伏壽昭, 宮本浩司
(ii) Martensite Transformation Bands Studied in TiNi Shape Memory Alloy by Infrared and Acoustic Emission Techniques	Kovove Material, Vol. 50, No. 5, pp. 309-318 (2012 年 5 月)	E. A. Pieczynska, H. Tobushi, K. Takeda, D. Stró z, Z. Ranachowski, K. Kulasi ński, S. Kúdela Jr., J. Luckner
(iii) Performance and Design of Precision-Cast Shape Memory Alloy Brain Spatula	Journal of Theoretical Applied Mechanics, Vol. 50, No. 3, pp. 855-869 (2012 年 8 月)	Mitsui Kento, Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Kazuhiro Kitamura, Yukiharu Yoshimi
(iv) Torsional Properties of TiNi Shape-Memory Alloy Tape for Rotary Actuator	Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 21, No. 12, pp. 2680-2683 (2012 年 10 月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Kouji Miyamoto, Kento Mitsui, Yasuhiko Nishimura

論文題目	公表の方法及び時期	著者
(v) Impact of Strain Rate on Thermomechanical Coupling Effects in TiNi SMA Subjected to Compression	Materials Transactions, Vol. 53, No. 11, pp. 1905-1909 (2012年10月)	Elzbieta A. Pieczyska, Hisaaki Tobushi, Karol Kulasinski, Kohei Takeda
(vi) Evaluation of Precision-Cast TiNi Shape Memory Alloy Brain Spatula	Bulletin of Research Institute for Industrial Technology, Vol. 15, pp. 73-79 (2013年9月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Kazuhiro Kitamura, Yukiharu Yoshimi
(2) 国際会議		
(i) Rotary Actuator Using Torsional Deformation of Shape-Memory Alloy Tape	Proc. of 9th International Workshop on Piezoelectric Materials Applications in Actuators, p. 45 (2012年4月)	Kohei Takeda, Yasuhiko Nishimura, Kento Mitsui, Hisaaki Tobushi
(ii) Shape-Memory Composite Belt for Actuator	Proc. of 9th International Workshop on Piezoelectric Materials Applications in Actuators, p. 46 (2012年4月)	Kohei Takeda, Yasuhiko Nishimura, Kento Mitsui, Hisaaki Tobushi
(iii) Temperature Assessment of TiNi Shape Memory Alloy Subjected to Compression at Quasistatic and Dynamic Strain Rates	Proc. of 15th International Conference on Experimental Mechanics, Paper No. 2921, pp. 1-6 (2012年8月)	E. A. Pieczyska, H. Tobushi, K. Takeda, K. Kulasinski, Z. Kowalewski, W. Mocko, J. Luckner
(iv) Multi-Functional Actuation of Shape Memory Composite	Proc. of 23rd International Congress of Theoretical and Applied Mechanics, Paper No. SM09-004, pp. 1-2 (2012年8月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Yasuhiko Nishimura, Shunichi Hayashi
(v) Design for Brain Spatula Made by Precision-Cast Shape Memory Alloy	The International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST2013), pp. 185-186 (2013年5月)	Kohei Takeda, Hisaaki Tobushi, Ryosuke Matsui, Kazuhiro Kitamura and Yukiharu Yoshimi
(vi) Shape-Memory Composite Actuator with SMA and SMP	Proc. of 19th International Conference on Composite Materials, pp. 9285-9295 (2013年7月)	Hisaaki Tobushi, Kohei Takeda, Ryosuke Matsui and Shunichi Hayashi

論文題目	公表の方法及び時期	著者
(3) 口頭発表		
(i) 脳ベラ用鋳造形状記憶合金の曲げ変形特性	形状記憶合金協会 SMA シンポジウム 2011, 講演概要集, pp. 14-17 (2011年11月)	三井建人, 武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春
(ii) TiNi 形状記憶合金テープのねじり変形特性および応用モデル	日本材料学会 東海支部第6回学術講演会, 講演論文集, pp. 5-6 (2012年3月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(iii) 脳ベラ用精密鋳造 TiNi 形状記憶合金の疲労および曲げ変形特性	日本材料学会 東海支部第6回学術講演会, 講演論文集, pp. 7-8 (2012年3月)	三井建人, 武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春
(iv) 形状記憶合金テープのねじり変形とアクチュエータへの応用	日本機械学会 東海支部第61期総会・講演会, 講演論文集, No. 123-1, 論文 No. 423, pp. 1-2 (2012年3月)	武田亘平, 西村泰彦, 三井建人, 戸伏壽昭
(v) 形状記憶複合ベルトの作製と曲がり特性	日本機械学会 東海支部第61期総会・講演会, 講演論文集, No. 123-1, 論文 No. 424, pp. 1-2 (2012年3月)	西村泰彦, 武田亘平, 戸伏壽昭, 林俊一
(vi) 形状記憶合金薄帯板のねじり変形特性と応用	日本実験力学会 2012年度年次講演会, 講演論文集, No. 12, pp. 277-278 (2012年7月)	竹ノ内良輔, 武田亘平, 戸伏壽昭
(vii) 形状記憶複合ベルトの作製および3方向曲がり変形特性	日本実験力学会 2012年度年次講演会, 講演論文集, No. 12, pp. 279-280 (2012年7月)	西村泰彦, 武田亘平, 戸伏壽昭, 林俊一
(viii) 形状記憶合金テープのねじり変形と回転駆動素子への応用	日本機械学会 2012年度年次大会, 講演論文集, No. 12-1, 論文 No. J044063, pp. 1-5 (2012年9月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(ix) 形状記憶複合ベルトの構造および開発	日本機械学会 M&M 2012材料力学カンファレンス, 講演論文集, No. 12-5, 論文 No. OS0901, pp. 1-2 (2012年9月)	武田亘平, 西村泰彦, 戸伏壽昭, 林俊一
(x) 脳ベラ用 TiNi 形状記憶合金の繰返し曲げ変形特性	日本機械学会 M&M 2012材料力学カンファレンス, 講演論文集, No. 12-5, 論文 No. OS0906, pp. 1-2 (2012年9月)	三井建人, 武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春

論文題目	公表の方法及び時期	著者
(xi) SMA テープの回復応力と超弾性特性を利用した応用モデルの機構と作製	形状記憶合金協会 SMA シンポジウム 2012, 講演概要集, pp. 17-21 (2012 年 11 月)	武田亘平, 戸伏壽昭
(xii) 形状記憶合金脳ベラの開発と曲げ変形特性	第 22 回 インテリジェント材料システムシンポジウム, 講演要旨集, p. 21 (2013 年 1 月)	武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春
(xiii) 形状記憶合金を用いた脳ベラの加熱-冷却を伴う曲げ変形特性	日本材料学会 東海支部第 7 回学術講演会, 講演論文集, pp. 11-12 (2013 年 3 月)	本馬慎一, 武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春
(xiv) 形状記憶合金を用いた脳ベラ的设计に必要な曲げ変形および疲労特性	日本機械学会 東海支部第 62 期総会・講演会, 講演論文集, No. 133-1, pp. 297-298 (2013 年 3 月)	本馬慎一, 武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春
(xv) 形状記憶合金ワイヤを用いた衛星用展開物の作製	日本機械学会 東海支部第 62 期総会・講演会, 講演論文集, No. 133-1, pp. 313-314 (2013 年 3 月)	松井良介, 竹ノ内良輔, 武田亘平, 戸伏壽昭
(xvi) 形状記憶複合ベルトの往復曲がり変形特性	日本機械学会 2013 年度年次大会, 講演論文集, No. 13-1, 論文 No. J045063, pp. 1-3 (2013 年 9 月)	武田亘平, 松井良介, 戸伏壽昭
(xvii) 脳ベラ用鑄造形状記憶合金の温度変化を伴う曲げ変形特性	日本機械学会 M&M 2013 材料力学カンファレンス, 講演論文集, No. 13-8, 論文 No. OS1605, pp. 1-3 (2013 年 10 月)	本馬慎一, 武田亘平, 戸伏壽昭, 北村一浩, 吉見幸春
(xviii) TiNi 形状記憶合金を利用した衛星用展開モデルの提案	日本機械学会 M&M 2013 材料力学カンファレンス, 講演論文集, No. 13-8, 論文 No. OS1611, pp. 1-2 (2013 年 10 月)	松井良介, 竹ノ内良輔, 武田亘平, 戸伏壽昭