TiNi 形状記憶合金線材の回転曲げ疲労*

戸 伏 壽 昭^{*1}, 伊 貝 亮^{*2}
山 田 真 也^{*3}, 林 萍 華^{*4}

Rotating-Bending Fatigue of TiNi Shape Memory Alloy Wire

Hisaaki TOBUSHI, Akira IKAI,
Shinya YAMADA and Ping-hua LIN

A rotating bending fatigue testing machine was newly developed for the evaluation of the fatigue strength of a shape memory alloy wire. The rotating-bending fatigue tests were successfully performed for the TiNi shape memory alloy wire at various temperatures in water. The results were summarized as follows. (1) If the maximum strain amplitude was in the region of the rhombohedral phase (R phase) transformation, the fatigue life was longer than 10^7 cycles. (2) If the maximum strain amplitude was in the regions of the R phase transformation completion and the martensitic transformation, the fatigue life became shorter as the strain amplitude increased. (3) If the fatigue tests were performed in air, the temperature of the material rose and the transformation stress increased under cyclic deformation, yielding short fatigue life. (4) The higher the ambient temperature, the shorter the fatigue life of the wire. (5) The oxide film formed on the surface of the wire did not affect the low cycle fatigue.

Key Words: Shape Memory Alloy, Fatigue, Rotating Bending Test, Martensitic Transformation, Rhombohedral Phase Transformation, Fatigue Life, Wire, Titanium Nickel Alloy

1. 緒 言

TiNi 形状記憶合金(shape memory alloy, 以下 SMA)ではマルテンサイト(martensitic, 以下 M)変態と菱面体晶(rhombohedral phase, 以下 R 相)変態が生じる。両変態に伴って生じる形状記憶効果と変態擬弾性(あるいは超弾性と呼ばれる)を利用してアクチュエータ、ロボット、固体熱エンジンなどの駆動素子として TiNi SMA を利用する場合、記憶素子は繰返し変形を受ける。したがって、記憶素子の信頼性を評価する上で、SMA の繰返し変形特性は重要である⁽¹⁾。特に高サイクルで記憶素子を使用する場合には、SMA の疲労は重要な課題である^{(2)~(7)}。

SMA の疲労特性に関しては、TiNi SMA の疲労強度が最も高い⁽⁸⁾。ロボットやアクチュエータなどの応用においては、SMA は線材の形で使用され、ある一定の作動ストロークのもとで繰返し変形を受けることが多い⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。シンプルプーリ式熱エンジンの駆動素子

として利用される場合には、SMA 線材は繰返し曲げ変形を受ける⁽¹¹⁾。しかし、線材の疲労特性について、ひずみ振幅の影響はほとんど検討されていないのが現状である。

このような目的に対して、前報⁽¹²⁾においては、SMA 線材の回転曲げ疲労特性を調べることのできる試験装置を製作し、疲労特性に対するひずみ振幅、温度および回転速度の影響を検討した。この試験装置においては、線材は空気中にあり、繰返し変形に伴う温度上昇を避けることは難しかった。SMA の応用においては、記憶素子は液体中で使用されることも多く、一定温度の液体中では繰返し変形に基づく線材の温度上昇は無視できる。

本研究においては、液体中において温度と線材の曲率が設定でき、破断繰返し数が測定できる試験装置を設計製作した。そして、種々の温度の湯中において、一定回転速度の回転曲げ試験を TiNi SMA 線材について行った。実験結果に基づきひずみ振幅および温度の疲労特性に対する影響を検討した。また、線材作成時に付着する表面皮膜の疲労特性に対する影響を考察した。

* 1995 年 3 月 14 日 東海支部第 44 期総会講演会において講演、原稿受付 1995 年 9 月 1 日。

^{*1} 正員、愛知工業大学 (〒470 03 豊田市八草町八千草 1274)。

^{*2} 准員、リンナイ(株) (〒454 名古屋市千川区福住町 2-26)。

^{*3} 学生員、愛知工業大学大学院。

^{*4} 正員、東南大学 (中国 南京市 210096)。

2. 実験方法

2・1 供試材および試験片 供試材は古河電気工業(株)製の直径 0.75 mm の Ti 55.3 wt.% Ni SMA 線材であった。形状記憶熱処理では 673 K で 1 時間保持し、冷却により直線形状を記憶させ、試験片とした。試験片は一樣形状の線材であり、チャック間距離は 50~240 mm、全長は 190~380 mm であった。試験片の長さは、曲げの曲率が大きいほど短くした。試験片の逆変態終了温度 A_f は約 323 K であった。

2・2 回転曲げ疲労試験装置 SMA 線材の回転曲げ疲労特性を調べるための試験装置の目標としては、ある一定温度の液体中において、SMA 線材をある一定の曲率に曲げ、その形状を保持したままある一定の速度で回転させ、破断繰返し数を測定できることとした。

設計製作した試験装置の概要を図 1 に示す。試験装置は回転曲げを与える駆動部と液体の温度を一体に保持する恒温槽から構成されていた。所定の曲率に曲げた試験片①の一端はモータ④に取付け、他端は自由に回転できるようにし、そこに破断繰返し数を測定するためのカウンタ⑥を取付けた。試験片の曲げの曲率は、両側に設けたチャック間で一樣に保持した。チャック部にはピンバイスを用いた。試験片にねじりモーメントが加わらないようにするために、支点にはボールベアリングを用いた。記憶素子や固体熱エンジンなどの応用においては SMA は水中で使用されることが多いので、チャック間は水中に没した。水はヒータ②で加熱し、温度は恒温制御装置③で一定に保持した。試験片付近の温度はサーミスタ温度計⑤で測定した。回転速度は非接触回転計で測定した。

Fig.1 Experimental apparatus for rotating bending fatigue test on a wire in water

試験片の最大曲げひずみは、破断部分のひずみとして求めた。このために、実験開始前にあらかじめ試験片を所定の曲率に曲げ、これを記録しておき、実験終了後に破断部分の曲率半径から曲げひずみを定めた。その手順は次のとおりであった。まず、実験開始前に、所定の曲率に曲げた試験片をドライヤーで試験温度に加熱し、その後すばやく試験片の形状を方眼紙にトレースした。実験終了後に、トレースした曲線上に破断箇所をプロットし、その部分の曲率半径を測定した。この曲率半径から試験片の最大ひずみを求めた。本研究における曲率半径は 12.5 mm 以上であった。したがって、曲率半径の測定に伴う最大ひずみの誤差は 2% 以下であった。

2・3 実験手順 回転曲げ疲労試験では、TiNi SMA 線材の回転曲げ疲労特性に対するひずみ振幅、および温度の影響を調べた。一定の温度下で所定の曲率を保持した試験片を一定の速度 $n=500$ rpm で回転させた。曲げによる試験片表面の最大曲げひずみ(以下、ひずみ振幅) ϵ_a は 0.3~2.5% の間で設定した。このひずみ振幅は全ひずみを表す。試験中一定に保った温度 T は 303 K、333 K および 353 K とした。

M 変態および R 相変態に伴う SMA 線材の応力 ひずみ関係を得るために、一定の温度 T のもとでの引張試験を行った。引張試験は形状記憶材料特性試験装置⁽¹³⁾を用いて行った。ひずみは標点距離 20 mm の伸び計により測定した。チャック部は線材の直径に合わせた溝を設けた板を試験片に押付けて締付ける形式であった。この引張試験における T の値は、上述の疲労試験と同じく、303 K、333 K および 353 K とした。ひずみ速度は 1%/min とした。引張試験で与える最大ひずみは 3% とした。

上述の実験はすべて線材の引抜き加工において使用した潤滑剤が表面に薄膜として付着している試験片について行った。酸洗いにより表面皮膜を除去した試験片についても、引張試験および回転曲げ疲労試験を同じ条件下で行った。酸洗いによる線材表面の粗面化および腐食ピットの形成はなかった。

3. 実験結果および考察

3・1 材料の変形特性と曲げでの応力分布 一定温度における単軸引張試験で得られた TiNi SMA 線材の応力 ひずみ曲線を図 2 に示す。図 2 からわかるように、 A_f 点以下の温度 $T=303$ K においては約 50 MPa の応力で R 相変態(RPT)による降伏が生じる。この降伏は約 0.2% のひずみ ϵ_{MS} で開始し、約 0.7% のひずみ ϵ_{MP} で終了する。ここで、降伏の開始点と終

Fig.2 Stress strain curves in tension at various temperatures T

了点は応力 ひずみ曲線の弾性域および降伏域をそれぞれ直線で近似し、両者の交点として定めている。続いて約 300 MPa の応力で M 変態(MT)による降伏が約 1.5%のひずみ ϵ_{MS} で開始する。これらの場合には除荷後に残留ひずみが見れる。この残留ひずみは無応力下で A_f 点以上まで加熱すると逆変態により消滅する。この現象が形状記憶効果である。これに対して、 A_f 点以上の温度 $T=333$ K と 353 K の場合には、温度に比例して両変態に伴う降伏応力は高くなる。また、除荷過程では逆変態が現れ、ひずみは回復する。この現象が変態擬弾性現象である。 $T=353$ K では R 相変態は現れず、M 変態のみが見れる。

図2の変形特性に基づいて定まる、線材を曲げた場合の横断面内の応力分布と変態領域を模式的に図3に示す。図中のひずみ ϵ_{MS} , ϵ_{MR} , ϵ_{MS} はそれぞれ R 相変態の開始ひずみ、終了ひずみ、M 変態の開始ひずみを表す。図3に示すように、線材の内部は弾性域であり、曲げひずみの増加に伴って変態領域が表面部分から内部に向かって拡大する。表面部分では、曲げの曲率の増加に伴い最初に R 相変態が生じ、続いて M 変態が生じる。この曲がった形状を保持したまま線材が1回転することにより表面部分の要素は引張りと圧縮を受ける。したがって、疲労試験において、表面部分の要素は引張りと圧縮の変態を繰返し受ける。

3・2 疲労寿命に対するひずみ振幅および温度の影響
回転速度が一定の実験により得られたひずみ振幅 ϵ_a と破断繰返し数 N_f との関係を図4に示す。図4では各温度 T で得られた実験点を各種の記号で示し、それらを実線で結んである。また、図4において $N_f=10^7$ 回において矢印を付けた場合には、試験片は破断していない。

図4からわかるように、全体的に ϵ_a が大きいほど N_f は小さい。また、前報⁽¹²⁾の空気中での場合と同様に、 ϵ_a が小さくなると N_f は非常に長くなる。 ϵ_a N_f 曲線の傾きが大きい ϵ_a の範囲は約 0.7%以上であり、R 相変態が完了し、M 変態が開始する領域である。こ

Fig.3 Stress distribution and transformed region in a wire subjected to bending

の ϵ_a が大きい範囲では ϵ_a と N_f の関係は両対数グラフで直線になる。この直線関係を常用金属の低サイクル疲労で成立する Manson Coffin 則に対応して、

$$\epsilon_a = \alpha N_f^\beta \quad \dots \dots \dots (1)$$

で近似すると、べき指数 β は $T=303$ K, 333 K および 353 K のとき、おおよそ約 0.44, 0.46 および 0.51 となる。これらの値は常用金属の場合の $\beta=0.5$ とほぼ同じである。前報⁽¹²⁾で検討した空気中の場合には $\beta=0.24$ であった。

また、図4からわかるように、 $\epsilon_a=0.8\sim 1\%$ あるいは $N_f=10^4\sim 10^5$ の範囲で ϵ_a N_f 曲線には折れ曲がり点がある。折れ曲がり点の位置は、温度が高いほど左下にあり、その点での ϵ_a および N_f は小さい。 ϵ_a が R 相変態終了域に相当する約 0.7%以下の範囲にある場合には、 ϵ_a が小さくなると N_f は急激に増加し、曲線は水平に近づく。したがって、SMA の応用においては、 ϵ_a が R 相変態域にある範囲で使用すれば、疲労寿命は非常に長くなる。

次に、温度が異なる場合の ϵ_a N_f 曲線を比較すると、温度が高いほど曲線は左側および下側に位置している。すなわち、温度が高いほど同じ ϵ_a に対する N_f は小さい。図2からわかるように、温度が高いほど R 相変態応力 σ_M および M 変態応力 σ_M は高い。応力振

Fig. 4 Strain life curves at various temperatures T in water

幅が大きいほど疲労寿命は短い⁽⁸⁾ので、同じ ϵ_a であっても温度が高いほど N_f は小さい。また、303 K と 333 K での N_f の差に比較して 333 K と 353 K での N_f の差のほうが少し小さい。これは、 A_f 点以上の温度では変態擬弾性現象が現れ、材料の変形抵抗が急激に増加し⁽¹⁾、このことが試験片の破断を早め、 A_f 点以下の室温での形状記憶効果の場合との差として現れているものと考えられる。

なお、 $T=353$ K で ϵ_a が小さい範囲内で○印で示した場合には、試験部では破断しなかった。したがって、これらの点では与えた試験部の ϵ_a に関しては未破断であり、これらの ϵ_a は疲労限に対応しているものと考えられる。実験においては、 ϵ_a が小さい場合にはチャック間距離は長い。また、温度が高い場合には弾性係数および R 相変態応力 σ_M は高い。このために、回転曲げ試験中に試験片中央部ではぶれが生じやすく、このためにチャック部では応力集中が生じ、そこで試験片は破断した。このチャック部での破断を避けるため、試験片をシリコンゴムシートで挟んだ。この場合には、繰返し数が多くなると、チャック部での破断はなくなったが、チャック部で試験片のすべり抜けが生じた。したがって、温度が高く、 ϵ_a が小さい場合の長寿命試験を行うためには、さらにチャック部に関する検討が必要である。

3.3 空気中での疲労寿命との比較 3.2 節でみたように、ひずみ振幅 ϵ_a が 1% 以上の範囲における ϵ_a - N_f 関係は式(1)で表され、べき指数 β は約 0.5 である。この β は常用金属の値とほぼ同じである。ところが前報⁽¹²⁾ でみたように、空気中でのべき指数 β は約 0.24 である。空気中では、 ϵ_a が大きくなると急激に N_f が小さくなり、このために β が小さくなって

Fig. 5 Dependence of temperature rise on number of cycles at various strain amplitudes ϵ_a in air

いる。このように、水中と空気中で β の値が異なる理由を以下に考察する。

図2の応力 ひずみ曲線で観察されたように、負荷・除荷あるいは応力の反転⁽¹⁴⁾により応力 ひずみ曲線はヒステリシスループを描く。このヒステリシスループの囲む面積は単位体積当たりの散逸ひずみエネルギー E_d を表す。この E_d は熱となって失われる。 E_d は応力とひずみの積で表されるので、 ϵ_a が大きいほど E_d は大きい。したがって、 ϵ_a が大きいほど、繰返し変形に伴う温度上昇 ΔT は大きい⁽¹²⁾。繰返し数 N の小さい範囲内で ΔT は増加し、その後 N が大きくなり、 E_d が熱伝導および放熱と釣り合う状態に達すると、 ΔT はほぼ一定値をとる。前報⁽¹²⁾ での実験結果について、室温で回転数 $n=500$ rpm の実験で得られた温度上昇 ΔT と繰返し数 N との関係を図5に示す。図5からわかるように、 ΔT は $N=500 \sim 1000$ までに上昇し、その後はほぼ一定値をとる。また、 ϵ_a が大きいほど ΔT は大きい。

SMA の変態の進行状態は変態カイネティクスで規定される⁽¹⁵⁾。この中で、応力 σ と温度 T との関係で表される変態の開始条件は、変態開始線と呼ばれる。M 変態についての変態開始線は

$$\sigma = C_M(T - M_s) \quad \cdots \cdots (2)$$

で表され、R 相変態については

$$\sigma = C_M(T - M_s) \quad \cdots \cdots (3)$$

で表される⁽¹³⁾。ここで、 M_s と M_s' はそれぞれ無応力下での M 変態と R 相変態の開始温度を表す。 C_M と C_M' は応力-温度平面における変態線の傾きを表す。TiNi SMA 線材では $C_M = 6$ MPa/K であり、 $C_M' = 15$ MPa/K である⁽¹⁶⁾。これより、温度が $\Delta T = 10$ K 上昇すれば M 変態応力 σ_M は $\Delta \sigma_M = 60$ MPa 大きくなり、R 相変態応力 σ_M' は $\Delta \sigma_M' = 150$ MPa 大きくなる。応力が高くなれば、破断繰返し数 N_f は小さくなる。図 5 でみたように、 ε_a が大きいほど ΔT は大きい。これに対応して変態応力が高くなるため、ますます N_f は小さくなる。このために式(1)のべき指数 β は小さくなる。これに対して、常用金属では、室温付近の温度が約 10 K 上昇しても、降伏応力や塑性変形特性は SMA ほど敏感には変化しない。このために、常用金属では水中における TiNi SMA と同じく、 β は約 0.5 である。

一方、前報⁽¹²⁾においてみたように、空気中では回転速度 n が高いほど、 N_f は小さい。その実験は $T = 333$ K を一定に保持して、 $n = 100 \sim 1\,000$ rpm で行った。この実験では、温度が上昇した場合、外部から冷風を送り、一定温度を保持した。温度計の先端と試験片は約 0.5 mm 離れていた。図 5 で観察されたように、初期のサイクルで ΔT は大きくなる。したがって、 n が大きいほど短時間で E_d を受ける回数が多く、対応し

て ΔT は大きくなる。送風により測定された温度が一定であっても、試験片の温度は上昇していた可能性が考えられる。温度上昇により変態応力 σ_M および σ_M' は高くなるので、 n が大きいほど N_f は小さくなっていったことが推察される。この点については、再度詳細に検討する必要がある。

一方、空気中の試験で得られた ε_a - N_f 曲線において、全体的には $\varepsilon_a = 0.5 \sim 1\%$ あるいは $N_f = 10^4 \sim 10^5$ の範囲において曲線には折れ曲がり点があり、折れ曲がり点より ε_a が小さくなると曲線は水平に近づいた。これらの点は、水中と空気中で同じである。なお、水環境中における腐食疲労については今後の研究課題である。

3・4 表面皮膜の疲労寿命に対する影響 通常、線材は冷間引抜きにより作られる。この加工時に使用される潤滑剤が表面に皮膜として付着する。疲労き裂は表面で発生するので、この表面の酸化皮膜が疲労強度に影響する可能性がある。3・4 節では、この表面皮膜の有無の疲労寿命に対する影響を検討する。3・3 節までの試験結果はすべてこの表面皮膜のある線材についての試験結果である。

表面皮膜を酸洗いにより除去した線材について、まず引張試験を種々の温度で行った。その結果、図 2 に示した R 相変態および M 変態に伴う降伏応力や変態ひずみなどは、表面皮膜のある場合とない場合とではほぼ一致した。

次に、表面皮膜を除去した線材について各温度で回転曲げ試験を行った。実験で得られたひずみ振幅 ε_a と破断繰返し数 N_f との関係を白抜きの記号で図 6 に示す。図 6 には、図 4 で示した表面皮膜のある場合の疲労試験結果を黒色の記号で同時に示している。図 6

Fig. 6 Influence of surface film on strain life curves at various temperatures T in water

からわかるように、表面皮膜のある場合とない場合とで、両者はほぼ同一曲線上にある。したがって、 ε_a が 1% 以上で、 N_f が 10^4 回以下の低サイクル疲労に関しては、表面皮膜の影響はほとんどないことがわかる。このように表面皮膜の疲労寿命に対する影響が認められないことから、表面皮膜のき裂発生に対する影響は小さいものと考えられる。したがって、表面皮膜は薄く、軟かいものと考えられる。なお、 ε_a が 1% 以下で R 相変態を伴う高サイクル疲労に対する表面皮膜の影響については、さらに検討が必要である。

4. 結 言

ある一定温度の液体中で SMA 線材をある一定の曲率に曲げ、回転曲げ疲労試験の行える試験装置を設計製作した。この試験装置を用いて、水中で TiNi SMA 線材について種々のひずみ振幅および温度で回転曲げ疲労試験を実施した。得られた結果の要点は次のようにまとめられる。

(1) 液体中における SMA 線材の回転曲げ疲労試験装置を設計製作し、任意のひずみ振幅、温度および回転速度についての回転曲げ疲労試験が実施できることを明らかにした。

(2) 疲労寿命曲線はほぼ二つの折れ線で表される。温度が高いほど疲労寿命は短い。ひずみ振幅が R 相変態域にある場合には、疲労寿命は 10^7 回以上になる。

(3) ひずみ振幅が R 相変態の終了域および M 変態域にある場合には、ひずみ振幅が大きくなると疲労寿命は短くなる。この関係は Manson Coffin 則に対応する関係式で表され、式に含まれるべき指数は約 0.5 である。

(4) 空気中でひずみ振幅が大きく、回転速度が高い場合には疲労寿命は特に短くなる。これらの場合に

は、繰返し変形に伴い材料の温度が上昇し、変態応力が高くなり、対応して疲労寿命が短くなるものと考えられる。

(5) 線材加工時に付着する潤滑剤の表面皮膜は低サイクル疲労に対してほとんど影響しない。

終わりに、本研究を行うに当たり実験に協力された愛知工業大学の学生諸君、ご援助をいただいた木村君男教授ならびに岩永弘之教授、さらに有益なご討論をいただいた筑波大学の宮崎修一助教授に深く感謝する。また、文部省科学研究費補助金一般研究(C)の補助を受けたことを記し謝意を表す。

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性質, (1993), 123, 養賢堂.
- (2) McNichols, Jr. J. L., Brookes, P. C. and Cory, J. S., *J. Appl. Phys.*, **52**, 12 (1981), 7442-7444.
- (3) Melton, K. N. and Mercier, O., *Acta Met.*, **27** (1979), 137-144.
- (4) 舟久保保照編, 形状記憶合金, (1984), 111, 産業図書.
- (5) Miyazaki, S., Sugaya, Y. and Otsuka, K., *MRS Int'l Mtg. on Adv. Mats.*, **9** (1989), 251-256.
- (6) Tadaki, T. and Shimizu, K., *MRS Int'l Mtg. on Adv. Mats.*, **9** (1989), 291-304.
- (7) Miyazaki, S. (Duerig, T. W., Melton, K. N., Stöckel, D. and Wayman, C. M. 編) *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, (1990), 394, Butterworth-Heinemann.
- (8) 宮崎修一, 材料, **39**, 445 (1990), 1329-1339.
- (9) 文献(4)の143ページ.
- (10) 鈴木雄一, 実用形状記憶合金, (1987), 89, 工業調査会.
- (11) 戸伏壽昭・木村君男・岩永弘之・Cahoon, J. R., 機論, **55**, 509, A (1989), 165-169.
- (12) 戸伏壽昭・林澤華・伊貝亮・山田真也, 機論, **61**, 591, A (1995), 2355-2361.
- (13) 戸伏壽昭・田中喜久昭・木村君男・堀達哉・沢田隆之, 機論, **57**, 543, A (1991), 2753-2759.
- (14) 三浦精, 材料, **37**, 418 (1988), 735-744.
- (15) 田中喜久昭・佐藤善雄, 機論, **53**, 491, A (1987), 1368-1373.
- (16) 林澤華・戸伏壽昭・田中喜久昭・服部丈晴・内野敬一, 機論, **60**, 569, A (1994), 126-133.