FeMnSi 基形状記憶合金薄板の 二軸引張変形に対する形状回復特性

和田 学^{*1} 直井 久^{*2}

保田 英洋^{*3} 丸山 忠克^{*4} 吉田 亨^{*5}

Shape Recovery Characteristics for Biaxial Stretch on Thin Plate Made of FeMnSi-based Shape Memory Alloy

Manabu WADA^{*1}, Hisashi NAOI^{*2},

Hidehiro YASUDA^{*3}, Tadakatsu MARUYAMA^{*4} and Tohru YOSHIDA^{*5}

(Received on September 21, 2005)

FeMnSi-based shape memory alloy (SMA) has already been used practically as steel pipe joints. In most cases of the applications, it is possible to estimate the reduction of diameter from the present data measured on the shape recovery for a uniaxial stretch of FeMnSi-based SMA. However, to promote the extensive practical application of FeMnSi-based SMA, investigations of shape recovery characteristics for biaxial stretch are significant. In this study, shape recovery characteristics for uniaxial tensile stretch, biaxial tensile stretch, and the stretch of the transition field from simple tension to biaxial tension are investigated. In addition, microstructures of FeMnSi-based SMA are observed, and the mechanism of stress-induced martensitic transformation which controls shape recovery actions is interpreted. Shape recovery strain after biaxial tensile stretch is markedly smaller than that of simple tensile stretch. The relationship of shape recovery characteristics to orientations of the ϵ -phase is clarified from microstructural observations. The technical data and interpretation presented in this study should be useful in forming design guidelines for promoting the extensive application of FeMnSi-based SMA.

Key words: sheet metal forming, new material, shape memory alloy, shape recovery, stress-induced martensitic transformation

1. 緒言

FeMnSi 基形状記憶合金は、管継手をはじめとする接続用部材や機能性を持つ大型構造物への利用が期待されており、既に鋼管用継手として実用されている^{1),2)}。これは予め拡張を施した形状記憶合金管継手を、形状回復により縮径させて鋼管を締結するもので、継手の設計においては縮径代の予測が必要となる。形状記憶管継手の拡張工程ではコレットチャック状の治具が多く用いられるが、この場合は予ひずみが管継手周方向の単軸変形で付与される³⁾ため、過去に報告のある単軸変形に対する形状回復特性^{2),3)}によって縮径代を見積ることが可能である。

しかしながら、鋼管用継手以外の多岐の用途と様々な成形方法を鑑みると、単軸変形のみならず多軸変形が施され

る場合も考えられる。ゆえに FeMnSi 基形状記憶合金の広範な実用化には、多軸変形に対する形状回復特性の検討が肝要である。

本報では単軸引張変形と二軸引張変形、さらに単軸引張から二軸引張への遷移領域における変形を取り上げ、変形工程に薄板の単軸引張、液圧バルジ張出し成形、および板幅を変えた薄板の球頭ポンチ張出し成形⁴⁾を用いて、これらに対する形状回復特性を調査した。また単軸引張変形と二軸引張変形の試験片で組織観察を行い、これらの形状回復挙動について、FeMnSi 基形状記憶合金の形状回復動作を支配する応力誘起マルテンサイト変態の機構に基づいた考察を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材には Fe-28%Mn-6%Si-5%Cr 合金(mass%)を用いた。供試材は 1423K で板厚 0.8mm の薄板へと圧延し、供試材の圧延方向を LD、板幅方向を TD とした。その後、形状記憶処理を兼ねた溶体化処理として、1223K で 1h の加熱と空

*1 法政大学大学院工学研究科 〒184-8584 東京都小金井市梶野町 3-7-2

*2 法政大学工学部機械工学科 同上

*3 神戸大学工学部機械工学科 〒657-8501 兵庫県神戸市灘区六甲台町

*4 淡路産業開発部 〒101-0052 東京都千代田区神田小川町 2-3-13,4F

*5 新日本製鐵鉄鋼研究所 〒293-0011 千葉県富津市新富 20-1

冷を行った。供試材の基本的特性を **Table 1** に示す。供試材に塑性異方性は認められない。

Table 1 Mechanical properties and transformation temperatures of Fe-28%Mn-6%Si-5%Cr shape memory alloy

Properties	LD	TD
0.2% Proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	271	267
Tensile strength TS (MPa)	815	811
Total elongation TEl (%)	38.6	37.9
Martensitic start temperature M_s (K)	253 ~ 298	
Austenitic finish temperature A_f (K)	403 ~ 458	

2.2 単軸引張変形に対する形状回復試験

単軸引張変形に対する形状回復特性を確認するために、単軸引張を施した供試材の形状回復挙動を調査した。形状回復試験は変形を施す予ひずみ付与工程と、加熱を施す形状回復処理から構成される。

まずシャーリング加工と切削加工により、標点距離 GL が 50mm、幅 W が 25mm、板厚 t が 0.8mm の JIS Z 2201 に規定される 5 号引張試験片を供試材で作製し、これを単軸引張試験片とした。試験片の長手方向は供試材の LD に合わせた。

試験片作製の後に予ひずみを付与工程として、インストロン型引張試験機にて試験片の長手方向 LD に単軸引張を施した。単軸引張は GL に対して 0% から 12% まで 2% 刻みの塑性ひずみで与えた。試験片数は各試験水準につき 2 である。単軸引張の直後には光学顕微鏡で GL の 3 次元測定を行い、単軸引張変形の前におけるひずみ変化を予ひずみ ε_p とした。変形前の標点距離が L_1 、変形後の標点距離が L_2 のとき、予ひずみの LD 成分 ε_{pL} と TD 成分 ε_{pT} を以下のように定義する。

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

$$\varepsilon_{pT} = \ln(L_{2T} / L_{1T}) \quad (2)$$

単軸引張に続き、形状回復処理として 673K で 600s の加熱と空冷を施した。この直後に GL を再度測定し、加熱前後のひずみ変化を形状回復ひずみ ε_r とした。形状回復処理前の標点距離が L_2 、形状回復処理後の標点距離が L_3 のとき、形状回復ひずみの LD 成分 ε_{rL} と TD 成分 ε_{rT} を以下のように定義する。

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

$$\varepsilon_{rT} = \ln(L_{3T} / L_{2T}) \quad (4)$$

2.3 単軸引張から二軸引張への遷移領域における変形に対する形状回復試験

単軸引張から二軸引張への遷移領域における変形に対する形状回復特性を確認するために、供試材の板幅を変えての球頭ポンチ張出し成形（以下、ポンチ成形と称す）を施し、その形状回復挙動を調査した。

まずシャーリング加工により、長さ L が 200mm、板厚 t が 0.8mm、幅 W が 20mm から 90mm まで 10mm 刻みの球頭

ポンチ張出し試験片（以下、ポンチ試験片と称す）を供試材より作製した。試験片の表面には $\phi 5$ mm のスクライブドサークル (SC) を電食にて施し、単軸引張試験片と同様に試験片の長手方向を供試材の LD に合わせた。試験片数は各試験水準につき 1 である。 GL は LD, TD 共に 10mm で、バルジ頭頂部より 40mm の位置に 2 点設定した。ポンチ成形後の試験片を **Fig.1** に、ポンチ成形後の試験片断面と GL の位置を示した模式図を **Fig.2** に示す。

試験片作製の後に予ひずみ付与工程として、 $\phi 100$ mm のポンチを用いてポンチ成形を施した。ポンチストロークは 25mm で一定とした。またポンチ成形の直後に 2 点の GL を測定し、測定値を平均して予ひずみを求めた。

ポンチ成形に続き、形状回復処理として 673K で 600s の加熱と空冷を施した。この直後に 2 点の GL を再度測定し、測定値を平均して形状回復ひずみを求めた。

Fig.1 Stretch forming specimens with spherical punch

Fig.2 Sectional view of stretch forming specimens with spherical punch

2.4 二軸引張変形に対する形状回復試験

二軸引張変形に対する形状回復特性を確認するために、液圧バルジ張出し成形（以下、バルジ成形と称す）を施した供試材の形状回復挙動を調査した。

まずシャーリング加工により、200mm×200mm×0.8mm の液圧バルジ張出し試験片（以下、バルジ試験片と称す）を作製した。試験片の表面には $\phi 5$ mm の SC を電食にて施し、 GL は張出しの頭頂部近傍 20mm とした。

試験片作製の後に予ひずみ付与工程としてバルジ成形を施した。ダイス形状は正円 $\phi 150$ mm (楕円率 $k=0$)、楕円 150 mm× 120 mm ($k=0.2$)、 150 mm× 100 mm ($k=0.33$)、 150 mm× 75 mm ($k=0.5$) の 4 通りとし、各々を A～D タイプとした。ダイス形状が楕円の B～D タイプは、楕円の長軸方向

を供試材の LD, 短軸方向を TD に合わせた。バルジ圧力は 2MPa から 20MPa まで 2MPa 刻みとし、試験片数は各試験水準につき 2 とした。またバルジ成形の直後には GL を測定して予ひずみを求めた。バルジ成形後の試験片を Fig.3 に、バルジ成形の形状と圧力の条件を Table 2 に示す。

バルジ成形に続き、形状回復処理として 673K で 600s の加熱と空冷を施し、直後に GL を再度測定して形状回復ひずみを求めた。

Fig.3 Bulge forming specimens after bulging at 12MPa

Table 2 Experimental conditions on bulge forming

Type	Bulge forming shape	Ellipticity k	Bulge forming pressure (MPa)
A	Circle ϕ 150	0	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16
B	Oval 150x120	0.2	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16
C	Oval 150x100	0.33	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16
D	Oval 150x75	0.5	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16

3. 実験結果

3.1 形状回復ひずみ

単軸引張試験片、ポンチ試験片、およびバルジ試験片の予ひずみと形状回復ひずみの関係を Fig.4 に示す。横軸は予ひずみの LD 成分 ϵ_{pl} 、縦軸は形状回復ひずみの LD 成分 ϵ_{rl} である。いずれの試験片も引張の予ひずみを与え、圧縮の形状回復を得たので、形状回復挙動は負の形状回復ひずみで表される。

単軸引張試験片の形状回復ひずみは、予ひずみ 6% まではその絶対値が漸増し、その後は漸減する。本実験に用いた供試材では、応力誘起マルテンサイト変態の発現が体積分率で 30% 程度であり、これを超える過大なひずみに対しては完全転位が生成される。形状回復ひずみの漸減は、この完全転位が逆変態を阻害する⁹⁾ためと考えられる。

ポンチ試験片の形状回復ひずみは、いずれも単軸引張試験片の形状回復ひずみとほぼ同等であった。Fig.4 のプロットにはポンチ試験片の板幅を書き添えたが、本実験における板幅ではいずれも単軸引張相当の特性を得ることが分かる。なおポンチ試験片のうち板幅 W が 70mm の試験片のみ、測定不良のため結果を図示していない。

バルジ試験片の形状回復ひずみは、全てのバルジ形状で単軸引張試験片よりも絶対値が小さくなり、予ひずみの増加に伴い形状回復ひずみの絶対値が漸減する。バルジ形状と形状回復ひずみの関係は明確ではないが、バルジ形状の楕円率が大きいほど形状回復ひずみの絶対値が大きくなる傾向にある。

Fig.4 L-Directional prestrain versus shape recovery strain

ポンチ試験片とバルジ試験片では、予ひずみが試験片内で分布を持つため、形状回復ひずみも同様に分布を持つと考えられる。そこで予ひずみ付与後の両試験片から標点距離近傍のみを切り抜いた新たな試験片を用意し、予ひずみおよび形状回復ひずみについて、切り抜きを行わない試験片との比較を行った。楕円 150mm × 120mm、成形圧力 10MPa の試験片における結果を Fig.5 に示す。両者の予ひずみはほぼ同一であるが、得られた形状回復ひずみも両者ではほぼ等しく、形状回復特性の差異はほとんど無い。他の試験条件においても同様であり、予ひずみの分布に伴う形状回復特性への影響は無視できると考える。

Fig.5 Comparison of prestrain and shape recovery strain between non-clipping and clipping specimens which are made from 150x120 bulge forming specimens with 10MPa

3.2 形状回復方向

予ひずみ付与後および形状回復後のひずみ分布を Fig.6 に示す。横軸はひずみの LD 成分、縦軸は TD 成分であり、予ひずみ付与前のひずみ分布を 0 とし、これを原点に取る。矢印の始点は予ひずみ付与後のひずみ分布、矢印の終点は形状回復後のひずみ分布、矢印は形状回復方向と形状回復ひずみの大きさを示す。

単軸引張試験片では予ひずみの比 $\epsilon_{pl} / \epsilon_{pr}$ が -0.5 となり、

予ひずみ付与後のひずみ分布は傾き -0.5 の直線上に現れる。形状回復後のひずみ分布は、これらを原点方向に移動させた点となり、形状回復ひずみは予ひずみの逆方向に発現したことが分かる。

ポンチ試験片では、板幅を上げると板幅方向に残留応力が発生し、 $\varepsilon_{pe}/\varepsilon_{pl}$ が単軸引張の -0.5 よりも幾分大きくなる。そのため、ひずみ分布は傾き -0.5 よりも緩く、傾き -0.4 から -0.3 の直線近傍に現れる。これらを形状回復させると単軸引張試験片と同様に、形状回復ひずみが予ひずみの逆方向に発現する。いずれのポンチ試験片においても形状回復ひずみは単軸引張試験片と同等であり、板幅方向の残留応力が小さい場合には、形状回復特性に変化が見られないことが分かる。

バルジ試験片では、楕円率を k とすると $\varepsilon_{pe}/\varepsilon_{pl}$ は $(1-k)$ となり、ひずみ分布は傾き $(1-k)$ の直線上に現れる。これらを形状回復させると、A~Dタイプの試験片のいずれも予ひずみの逆方向に形状回復を得るが、形状回復ひずみの絶対値は単軸引張試験片やポンチ試験片と比べて著しく小さい。また予ひずみの小さい領域では形状回復が一方に揃うが、予ひずみが大きくなるにつれて形状回復が一方に定まらなくなる傾向がある。詳細な考察は第4章に記す。

Fig.6 Distribution of L-directional strain and T-directional strain on uniaxial stretching and biaxial stretching

3.3 組織観察

ε_{pe} を1%とした単軸引張試験片について、形状回復処理前と処理後における透過電子顕微鏡観察の明視野像をFig.7に示す。

形状回復処理前の(a)では、 γ 相に線状の第2相が一方に入っている様子を確認できるが、電子回折図形でhcp斑点が現れることから、この第2相は ε 相と考えられる。一方、形状回復処理後の(b)では(a)で見られる ε 相がほぼ消失している。残存している一方の線状組織は γ 相に導入されたすべり帯と考えられる。

以上より、単軸引張変形における ε 相とすべり帯は、いずれも一方に生成されることが分かる。

Fig.7 Bright field images of TEM on simple tensile specimens with 1% prestrain before and after shape recovery process

次に ε_{pe} と ε_{pl} をそれぞれ1%としたバルジ試験片について、形状回復処理前と処理後における電子顕微鏡観察の明視野像をFig.8に示す。

形状回復処理前の(a)では、 γ 相の内部に矢印で図示する2方向に伸びるラス状相を観察でき、ラス状同士が交差する様子も確認できる。さらに二重矢印で図示する2方向に伸びる線状組織も存在し、線状組織同士の交差も確認できる。一方、形状回復処理後の(b)ではラス状相が消失しているが、二重矢印で図示する線状組織には変化が見られない。電子回折図形では $[010]$ 晶帯軸と $[12\bar{1}]$ 晶帯軸の2種類のhcp斑点を確認したが、形状回復処理後にいずれの強度も低下することから、ラス状相は ε 相と考えられる。形状回復処理前後で変化のない線状組織は、過剰な予ひずみによって導入されたすべり帯と思われる。

以上より、二軸引張変形では ε 相とすべり帯のいずれもが多方向に生成され、各々が複雑に交差することが分かる。

さらに別の観察結果では、逆変態に伴う形状回復がすべり帯同士の交差部に拘束されること、 ε 相同士の交差部にbcc相が生成されて形状回復処理を経てもbcc相が残存することを確認した。

4. 考察

FeMnSi基形状記憶合金の ε 相は、 γ 相の $\{111\}$ 面上における $a/6<112>$ ショックレイ部分転位によって生成される⁷⁾。 (111) 面上のショックレイ部分転位は等価な3通りの方向性を持つが、変態と逆変態で同一の道筋を通った場合のみ形状回復が発現する。変態時の方向選択性は予ひずみの方向によって、逆変態時の方向選択性は部分転位の周囲に残る微視的な弾性ひずみによって規定されると考えられる⁸⁾。

Fig.8 Bright field images of TEM on bulge forming specimens with 1%prestrain before and after shape recovery process

本実験では、バルジ試験片の形状回復特性が単軸引張試験片よりも劣るという結果を得た。単軸引張試験片では変態時に得られる ϵ 相は主応力方向へと規則正しく生成されるため、 ϵ 相の方向性は良好である。観察方向が $\langle 110 \rangle$ のFig.7(a)では、 ϵ 相が γ 母相の $\langle 110 \rangle$ 方向に沿った $\{111\}$ 面上に観察される。この結晶粒では、主応力方向に対して母相のシュミット因子が大きい $\{111\}$ 面上に沿って ϵ 相が生成される。すなわち、多結晶試料では各結晶粒の方位と主応力方向との関係が最適となる結晶面上に ϵ 相が出現するものと考えられる。一方、二軸引張変形が施されたバルジ試験片では、主応力方向が明確に定まらずに ϵ 相が複数方向へ乱雑に生成し、その方向性が前者よりも悪くなるため、形状回復特性が劣るものと考えられる。

バルジ試験片では、楕円率の増大に伴い僅かながら形状回復ひずみの絶対値が増加する傾向にある。これは楕円率の増大によって主応力方向に幾分の重みがつき、変態時に得られる ϵ 相に若干の方向性が発現したためと考えられる。

バルジ試験片では、予ひずみの増大に伴い形状回復方向が一方向に定まらなくなる傾向にある。これは逆変態の方向性を規定する ϵ 相周囲の微視的な弾性ひずみが、完全転位同士の絡み合いによって拘束されるためと考える。

実用部材に関して、コレットチャック式の治具で拡張を施したFeMnSi基形状記憶合金の中空管と、心金を直接挿入して拡張を行った同中空管とでは、形状回復特性が異なるという報告がある^{9), 10)}。両者の周方向の予ひずみと形状回復ひずみの関係をFig.9に示す。図中には形状記憶合金中空管の肉厚と中心径の比 t/D_m の値を書き添えた。 t/D_m が10%で拡張方法の異なる両者の形状回復特性を比較すると、心金を直接挿入しての拡張は、コレットチャック式の治具での拡張よりも形状回復ひずみの絶対値が著しく小さいことが分かる。コレットチャック式の治具による拡張では周

方向のみに変形が施されるため、単軸変形に対する形状回復特性が期待される。一方、心金を直接挿入して拡張する場合は、管と心金とのクーロン摩擦によって軸方向にも応力が発生し、周方向の応力と同時に作用して二軸変形が施されることになり、形状回復特性は低下するものと考えられる。

Fig.9 Prestrain versus shape recovery strain on circumferential direction when hollow tubes are expanded with mandrel and collet chucks^{9), 10)}

5. 結 言

FeMnSi基形状記憶合金の薄板に単軸引張、ポンチ成形およびバルジ成形を施したときの形状回復特性を調査し、二軸引張変形となるバルジ成形に対する形状回復ひずみが、単軸引張変形のそれよりも小さくなることを確認した。また、これらの形状回復特性の差異を応力誘起マルテンサイト変態の機構に基づいて考察した。

本報はFeMnSi基形状記憶合金の広範な実用化を鑑みた際の、材料の成形に関する有用な設計指針になると考える。

本研究の遂行に際し御教示を頂いた、東京工業大学 佐藤彰一名誉教授、新日本製鐵株式会社 大塚広明氏に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 丸山忠克・栗田孝：金属，**74-2** (2004)，48-51.
- 2) 直井久・丸山忠克：塑性と加工，**45-524** (2004)，697-701.
- 3) Wada, M., Narita, K., Naoi, H. & Maruyama, T. : Proc. of TMP'2004, (2004), 1-8.
- 4) 中島浩衛・菊間敏夫：機械の研究，**25-8** (1973)，21-26.
- 5) Otsuka, H., Yamada, H., Maruyama, T., Tanahashi, H., Matsuda, S. & Murakami, M. : ISIJ Int., **30-8** (1990)，674-679.
- 6) 大塚広明・棚橋浩之・丸山忠克・村上雅人・山田寛之：まてりあ，**37-4** (1998)，283-285.
- 7) 佐藤彰一：まてりあ，**44-1** (2005)，4-9.
- 8) 佐藤彰一・森勉：日本結晶学会誌，**29-3** (1987)，13-20.
- 9) 成田航平・松山展之・津坂真次郎・直井久・丸山忠克：第54回塑加講論，(2003)，443-444.
- 10) Joto, Y., Wada, M., Naoi, H. & Maruyama, T., Proc. of IMECE2004, (2004)，IMECE2004-59504:1-5.