

## Ti-6 Al-4 V の変態超塑性変形における形状記憶効果について\*

西原 公\*\* 井口 信洋\*\*\*

Tadashi Nishihara and Nobuhiro Iguchi: The Shape-Memory Effect under Transformation Superplasticity of Ti-6 Al-4 V. In this paper the abnormal behavior of shape recovery appeared on the transformation superplastic deformation of Ti-6 Al-4 V was examined, with particular emphasis on the recovery during  $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$  transformation.

The main results obtained were as follows:

- (1) The material after the superplastic deformation exhibited an irreversible shape-memory effect during  $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$  transformation under stress free heating.
- (2) The shape recovery depended on the factors affecting the transformation superplastic deformation such as the maximum temperature of thermal cycle, heating rate and applied stress. The perfect shape recovery trended to be appeared under the intensive superplastic deformation defined by the strain rate sensitivity exponent,  $m=1$ .
- (3) The relation between the transformation superplasticity and the shape memory effect could be expressed using 4-parameters-Rheology-Model.

(Received May 7, 1975)

## I. 緒 言

## II. 実験方法

変態超塑性とは、作用応力場において相変態を進行させると、その材料自身の塑性流動応力よりもはるかに小さい応力によって、ネックなしに数100%から1000%におよぶ巨大伸長が得られる現象である<sup>(1)~(3)</sup>。

一方、形状記憶効果はNiTi合金に代表される数種の合金に発見されており、マルテンサイト変態およびその逆変態に関連する性質として現われることが知られている<sup>(4)~(7)</sup>。さらにプラスチック関係においては、圧延・押し出し等によって2次成形したポリマに変形履歴の記憶が存在し、架橋、ガラス化、結晶化等によりその記憶が回復されることが知られている<sup>(8)(9)</sup>。

著者らは、今回、特殊合金のマルテンサイト変態に関連する記憶効果ではなく、一般合金の同素変態、共析変態等の変態超塑性変形における記憶効果の存在を実験的に発見

供試材は $(\alpha + \beta)$ 型チタン実用合金であるTi-6 Al-4 Vで、その化学組成および室温における機械的性質をTable 1, 2に示す。

本実験に用いた試験片形状および寸法は、Fig. 1に示すように、平行部長さ30 mm、直径6 mmの中実丸棒とした。

変態超塑性においては、変態温度区間を含む繰返し加熱・冷却熱サイクルを与える必要がある。加熱は発振周波数200 kHz、出力15 kWの高周波誘導加熱で、その電源の出力を変化することにより任意の熱サイクル速度を得ることができる。冷却は放冷とした。

荷重負荷方式は、dead-weightによるねじり荷重負荷方式とし、回転角度計により、加熱・冷却サイクル中の変態

Table 1 Chemical composition of specimen. (wt%)

	Al	V	C	Fe	N	O	H	Ti
Ti-6 Al-4 V	6.11	4.20	0.01	0.061	0.0042	0.18	0.0025	Bal.

した。この変態超塑性変形と記憶効果との関連については現在のところ、Delaey, Deruyttere ら<sup>(10)</sup>の報告以外ほとんど知られていない。

本報においては、チタン実用合金であるTi-6 Al-4 Vの変態超塑性条件因子、すなわち、作用応力、熱サイクル速度因子等とその形状回復との相互関係を明らかにしたのでその結果について報告する。

Table 2 Mechanical properties of material at room temperature.

	Tensile strength (kg/mm <sup>2</sup> )	Proof stress (kg/mm <sup>2</sup> )	Elongation (%)	Reduction of area (%)
Ti-6 Al-4 V	112.4	105.5	16	41

\*\* 早稲田大学大学院 (Graduate School, Waseda University, Tokyo)

\*\*\* 早稲田大学理工学部 (Faculty of Science and Engineering, Waseda University, Tokyo)

\* 1974年11月金属学会東大阪大会に発表

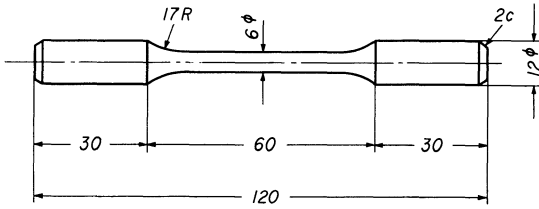


Fig. 1 Test specimen.

超塑性ひずみ, および荷重無負荷時における回復ひずみ挙動を詳細に記録することができる。

温度は時間遅れのないように, 試片中央部に open-circuit 方式により spot 溶接した直径 0.3 mm の P-R 熱電対により, ひずみと共にペンレコーダに記録される。

本装置の詳細については前報<sup>(3)</sup>を参照されたい。

### III. 実験結果

#### 1. 変態超塑性変形ひずみと形状回復ひずみの発生

著者らは Ti-6 Al-4 V 合金の変態超塑性変形後に形状記憶効果によると思われる形状回復ひずみの発生を実験的に認めた。その一例は Fig. 2 に示されている。

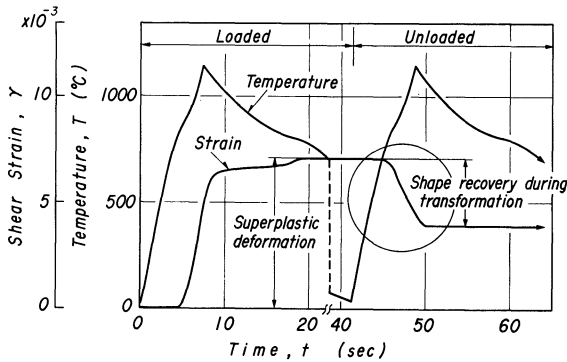


Fig. 2 Typical curves of temperature-time and shear strain-time data for Ti-6 Al-4 V undergoing phase transformation.

Shear stress : 360 g/mm<sup>2</sup>  
Heating rate : 150°C/sec

Fig. 2において, Ti-6 Al-4 V 合金を低負荷状態で ( $\alpha + \beta$ )  $\rightarrow \beta$  変態点を含む室温  $\rightarrow T_{\max} = 1150^\circ\text{C} \rightarrow$  室温の第 1 回の変態超塑性用熱サイクルが与えられている。1 サイクルに要する時間は約 40 sec である。低負荷状態下の 1 サイクル目に, 変態温度区間に対応して, 異常に大きなひずみが発生する。これは変態超塑性ひずみである。

次に 2 サイクル目に無負荷状態で, 同一の熱サイクルのみを与えた。ここで, 図の丸印に示されるように, 変態温度区間に対応して第 1 回目のひずみとは逆な, いわゆる回復ひずみが認められる。すなわち, 多くのプラスチックあるいは記憶合金における形状回復ひずみの挙動とよく似た現象が認められたわけである。

著者らはこのような回復ひずみ現象が一般の純鉄, 普通

鋼, ステンレス鋼, および 50 キロ級高張力鋼にも発生することを確認している。

Fig. 2 にて示した形状回復ひずみは変態超塑性変形に対して 100% その変形が回復するのではなくて, いわゆる partial な回復である。しかしながら, NiTi 記憶合金においても最初に与える変形量が回復ひずみ量と関係することが示され, 100% 回復には多くの条件が必要である。

上述の回復現象が変態超塑性変形に関係があるという考えの下に, 回復率もまた変態超塑性条件に依存すると考えられる。

そこで, 変態超塑性条件因子として, 第 1 回サイクルの上限度, 作用応力, および加熱速度因子と形状回復ひずみ量との関係を因子別に検討することにする。

#### 2. 超塑性熱サイクル上限温度の影響

Ti-6 Al-4 V 合金の室温  $\rightarrow 1200^\circ\text{C} \rightarrow$  室温の完全加熱冷却 1 サイクルを負荷状態で与えた時に発生する変態超塑性発生ひずみを横軸に, 発生温度を縦軸にとって表示すると Fig. 3 中の abcdefgh 曲線のようになり, 全変形量は  $\overline{oh}$  となる。この完全 1 サイクルによって変態超塑性変形せしめた試料を, 2 サイクル目の無負荷熱サイクルを与えて形

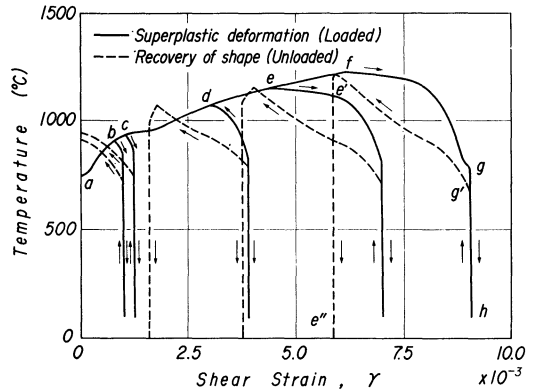


Fig. 3 Effect of maximum temperature of thermal cycle on the temperature-strain relationship.  
Shear stress : 360 g/mm<sup>2</sup>  
Heating rate : 150°C/sec

状回復せしめ, 同様に形状回復ひずみを横軸に, 発生温度を縦軸にとって同図に表示すると, 矢印の破線で示す  $h-g'-e'-e''$  曲線に沿って変形は回復し, 結局  $\overline{he''}$  分のひずみが回復し,  $\overline{oe''}$  の永久変形が残る。前述のように, このような完全 1 サイクルの超塑性変形させた試料はその全変形量の一部しか回復しない。

しかしながら, 熱サイクルの上限度をコントロールすることにより, 変態途中温度区間より冷却せしめて, 変態超塑性変形量を加減してやると, それに応じた形状回復変形量は果してどうなるかという考えの下に, 熱サイクル上限温度別に発生する変態ひずみとその形状回復との関係を Fig. 3 に重ね合わせて示してある。

たとえば、曲線 abcde に沿って、変態途中のそれぞれの温度で加熱をやめ、すなわち変態超塑性変形を中断冷却し、次に形状回復のための無負荷熱サイクルを与える。そうすると、破線に示す曲線に沿って形状回復ひずみが生ずる。Fig.3には、b, c, d, e, f 点の順に、上限温度 900~1200°C 各温度間から冷却した時に応じた回復ひずみが示されているが、上限温度が b, c 点のように低ければ低いほど発生する変態超塑性ひずみの量は少ないが、形状回復ひずみは遂に 100% に近い回復を示す。

3. 変態超塑性変形における作用応力  $\sigma$  の影響

変態超塑性変形量は作用応力に依存する。作用応力を大にすると 1 サイクル中の変形量も大きくなる。その関係を Fig.4 中の実線で示してある。各曲線は変態超塑性熱サイクルの上限温度別に示してある。上限温度が低くなると変形量は減少している。多くの変態超塑性合金が示しているように、この変態超塑性変形において、作用応力  $\sigma$  と 1 サイクル中の発生ひずみ量との間に低作用応力域で線形則が見出されるが<sup>(11)</sup>、特に興味深いことは各上限温度別の曲線上でこの線形則成立の限界応力値  $\tau_{cr}$  が上限温度が低くなると大きくなって、線形則成立域が拡大されていることである。

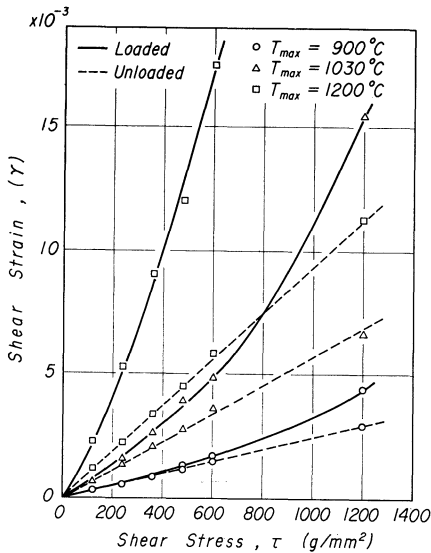


Fig.4 Effect of applied shear stress on shear strain at first and second cycle for various maximum temperatures of thermal cycle. Heating rate : 150°C/sec

Fig.4 中の破線は変態超塑性変形を与えた後に、再び形状回復させたとき得られる回復ひずみを前の作用応力  $\sigma$  との関係で上限温度別に示したものである。したがって、プロットの  $\circ, \Delta$  および  $\square$  によって変態超塑性変形と回復変形とが対比される。この回復ひずみ曲線は変態超塑性変形時に負荷したときの作用応力  $\sigma$  に対して、この範囲では線形則が成立している。したがって、変態超塑性変形分の中

で、作用応力  $\sigma$  と比例して変形した量のみが回復するという見方ができて、上限温度が低いと回復率が 100% に近くなることを示す本図は興味深い事実を物語っているようである。

4. 加熱速度の影響と回復率

変態超塑性変形ひずみ量と、それに対応する形状回復ひずみ量との比をもって回復率とする。完全に回復すると 100% となり、この表示で部分回復量が判定できる。

この回復率パラメータによって、前項までに述べた変態超塑性変形因子である上限温度  $T_{max}$ 、および作用応力  $\sigma$  を整理するとともに加熱速度因子の比較を行うと以下のようになる。

Fig.5, 6 に上限温度  $T_{max}$  を横軸に、回復率を縦軸にとって作用応力別に上述の結果を表示する。Fig.5 は加熱速度 150°C/sec, Fig.6 は 470°C/sec の場合で、両図を比較することにより加熱速度の効果も示し得る。

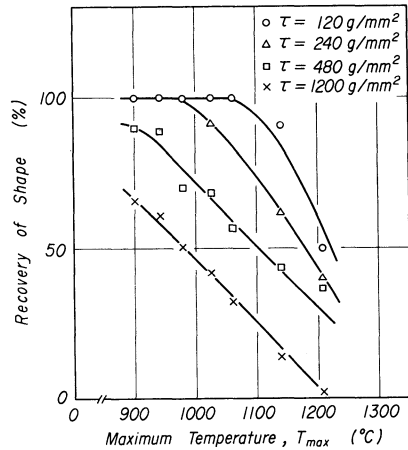


Fig.5 Relation between maximum temperature of thermal cycle and recovery of shape. Heating rate : 150°C/sec

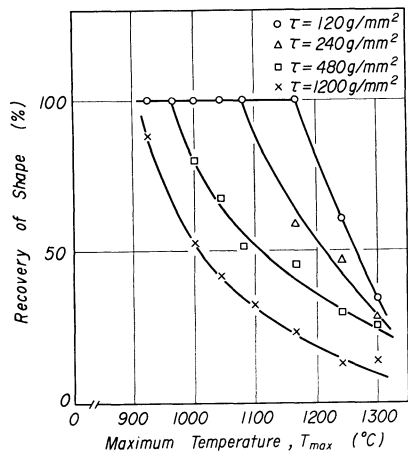


Fig.6 Relation between maximum temperature of thermal cycle and recovery of shape. Heating rate : 470°C/sec

Fig.5において、変態超塑性変形時の作用応力別に回復率を表示してある。この作用応力 $\tau$ が大きい $\tau=1200\text{ g/mm}^2$ においては、たとえ変態超塑性変形の上限温度が低くても100%回復することはない。しかし、作用応力を小さくしていくと100%回復する上限温度があらわれ、これは900°Cから1050°Cに増加して、作用応力さえ小さければ回復することが示されている。

加熱速度を増大すると、この100%回復域を与えるような変態超塑性変形加工上限温度 $T_{\max}$ はさらにその域を拡大していることがFig.5とFig.6とを比較することで示される。すなわちFig.5の加熱速度150°C/secの場合に、 $\tau=120\text{ g/mm}^2$ で100%回復率を与える $T_{\max}$ は前述のように900~1050°Cであったものが、加熱速度を470°C/secに増大したときは1170°Cまで拡大されることが示される。他の場合も同様である。

これは、加熱速度の大きいときの変態超塑性変形は形状回復率も大きいことを示している。

5. Ti-6 Al-4 V 合金板の記憶効果による形状回復

Ti-6 Al-4 V 合金に変態超塑性変形を与えると形状回復を示すことを検出し、その変形と回復間の2,3の因子について検討を行なった。この知見にもとづいて、Ti-6 Al-4 V 合金の薄板(10×200×1 mm)に変態超塑性による曲げ変形を与えた後に形状回復サイクルを与えた場合の形状回復例をPhoto.1に示す。変形は(1)母材→(2)変態超塑性曲げ変形( $T_{\max}=900^\circ\text{C}$ ,  $\sigma_{\max}=1\text{ kg/mm}^2$ )→(3)形状回復の順に行なわれた。写真から明らかなように母材の形状が記憶されている。この現象は記憶合金における、いわゆる一方向的形状記憶効果<sup>(12)</sup>と類似していると思われる。

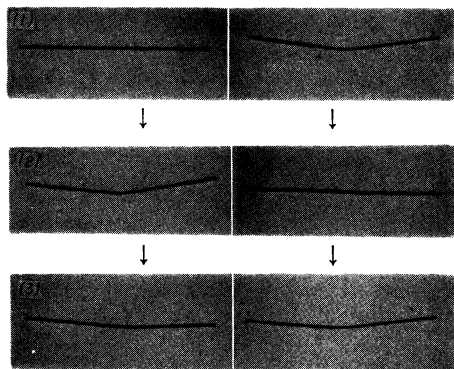


Photo.1 Shape-Memory effect under superplastic deformation.  
(1) original phase, (2) transformation superplastic deformation, (3) recovery of shape

IV. 考 察

以上述べたように、Ti-6 Al-4 V 合金を変態超塑性変形せしめると、現象的に多くの記憶現象とよく似た形状回復を行う。

変態超塑性変形量と回復変形量との比である回復率は変態超塑性変形量をコントロールする熱サイクル上限温度 $T_{\max}$ 、作用応力 $\tau$ 、および加熱速度因子に依存していることが明らかになった。

すなわち、与えられた変形が100%完全に回復する条件は熱サイクル上限温度 $T_{\max}$ に制限があって、 $T_{\max}$ のcriticalをこえて大変形させてしまうと回復率は低下する。同時に、変形に要する作用応力 $\tau$ も $T_{\max}$ との関係において大きすぎると回復率が低下する。一方、加熱速度の大きいときの変形はその回復率が向上する。

このことは変形条件が形状回復に大きく依存していることを示している。

一方、変態超塑性変形ではその特性を示す表示法の1つに変態超塑性流動特性曲線を判定することがある。これは変態超塑性変形における作用応力 $\tau$ とひずみ速度 $\dot{\gamma}$ との関係において

$$\tau = k \dot{\gamma}^m \tag{1}$$

なる式にその流動がしたがうとして、 $\log \tau$ ,  $\log \dot{\gamma}$ にて実験値をプロットする。加熱速度150°C/secと470°C/secとの場合のこの変態超塑性流動特性曲線をFig.7およびFig.8に示す。それぞれ、図中の各流動特性曲線は上限温

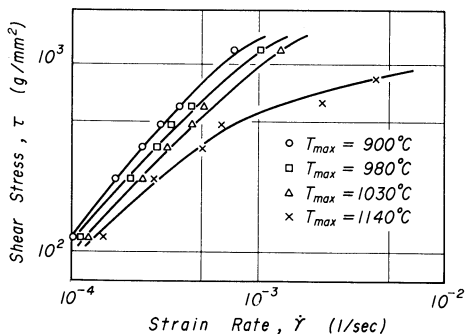


Fig.7 Effect of maximum temperature of thermal cycle on the stress-strain rate relationship.  
Heating rate : 150°C/sec

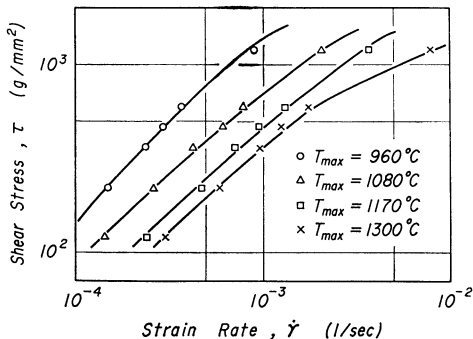


Fig.8 Effect of maximum temperature of thermal cycle on the stress-strain rate relationship.  
Heating rate : 470°C/sec

度  $T_{max}$  別に表示してある。すなわち、上限温度  $T_{max}$  を  $900^{\circ}\text{C}$  から  $1200^{\circ}\text{C}$  間に変化させたとき得られる変態超塑性流動特性曲線の形の変化が比較できる。

Fig.7 および Fig.8 に示される流動特性曲線は変態超塑性の特性を表示するものであり、その各曲線の tangent

$$m = \partial \log \tau / \partial \log \dot{\gamma} \quad (2)$$

はひずみ速度感受性指数  $m$  値を意味する。この  $m$  値は超塑性流動で 0.3 以上とされ、1 に近いほど超塑性流動は擬粘性流動的となり、その特性が強調される。したがって、 $m$  値が 1 に近いほど、超塑性流動の特性強度が大きいいえよう。

この観点から Fig.7, 8 中の各曲線の形態を調べると、Fig.7 において  $T_{max}=900^{\circ}\text{C}$  のものは  $m$  値が曲線全体においてほぼ 1 に近く、高応力域でやや小さくなるのに対して、 $T_{max}=1140^{\circ}\text{C}$  の曲線では低応力域では  $m=1$  に近いが、作用応力の増加とともに  $m$  値は小さくなり超塑性を示さなくなる。低応力域でも  $T_{max}=900^{\circ}\text{C}$  の曲線の  $m$  値よりやや小さい。

加熱速度  $470^{\circ}\text{C}/\text{sec}$  の Fig.8 の場合は、この変態超塑性流動特性曲線は広い応力範囲での直線化の傾向が目立ち、たとえば、 $T_{max}=960^{\circ}\text{C}$  の場合の曲線でも Fig.7 の  $T_{max}=900^{\circ}\text{C}$  の場合のように作用応力の全域にわたって直線で、 $m$  値も 1 に近い。加熱速度因子の特徴的なことは、 $T_{max}=1300^{\circ}\text{C}$  の場合の曲線でも Fig.7 の  $T_{max}=1140^{\circ}\text{C}$  の曲線よりも直線的で、いわゆる変態超塑性強度が強いということである。

これらの Ti-6 Al-4 V 合金の変態超塑性流動特性曲線における、ひずみ速度感受性指数  $m$  値の大きさはその後の変形に大きく関係する。

すなわち、変態超塑性変形における形状回復は変態超塑性変形加工に際して、変態超塑性変形の特性強度が  $m \approx 1$  と大きいときにその回復率がよく、100% に達し得ると結論できる。

本実験結果の示す変態超塑性および形状回復現象は、粘弾性変形としてとらえると、レオロジー的な見地から説明し得る。

従来提案されている微細結晶粒超塑性変形に対するレオロジーモデルは、Fig.9 に示すような 3 要素モデルがあり、これにより超塑性変形のひずみ速度依存性が説明されている<sup>(13)</sup>。しかしながら、このモデルによっては本研究結果の示す形状回復現象は説明し得ない。そこで、レオロジーの回復モデルを導入し、変態超塑性および形状回復現象を考察してみる。

レオロジーモデルとして Fig.10 に示すような、Voigt 要素に直列にスプリングおよびひずみ速度依存項を付け加えた 4-parameter-Voigt Model を用い、変態超塑性および回復ひずみをシミュレートする。要素 I は、格子ひずみに基づく普通の瞬間的弾性を示すものであり、本実験結果に

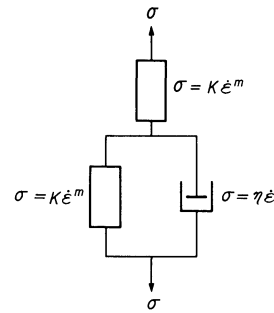


Fig.9 3-elements-model.

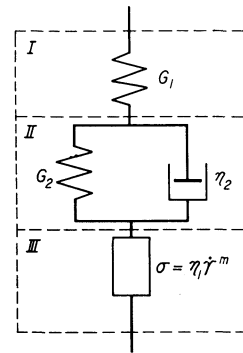


Fig.10 4-elements-model.

おいては、超塑性変形および形状回復ひずみに比較して無視し得る量である。要素 II は、形状回復を表現するために導入した遅延弾性部分であり、要素 III は、変態超塑性変形の中での永久流動部分に対応するものである。

本実験結果から  $m \approx 1$  であるので近似的に  $m=1$  とし、スプリングの弾性率を  $G_1, G_2$ 、ダッシュポットの粘性係数を  $\eta_1, \eta_2$  とし、応力を  $\sigma$ 、ひずみを  $\gamma$  とすると

$$\sigma(t) = \begin{cases} \sigma_0 & t_1 < t < t_2 \\ 0 & \text{otherwise} \end{cases} \quad (3)$$

に対するモデルの変形  $\gamma(t)$  は

$$\gamma(t) = \begin{cases} 0 & t < t_1 \\ \sigma_0/G_1 + \sigma_0[1 - \exp\{-(t-t_1)/\tau_2\}]/G_2 + \sigma_0(t-t_1)/\eta_1 & t_1 < t < t_2 \\ \sigma_0/G_2 \cdot [1 - \exp\{-(t_2-t_1)/\tau_2\}] \exp\{-(t-t_2)/\tau_2\} + \sigma_0(t_2-t_1)/\eta_1 & t_2 < t \end{cases} \quad (4)$$

で与えられる<sup>(14)</sup>。

Fig.2 の変態超塑性変形および形状回復に対応する上式の変形挙動を Fig.11 に熱サイクル曲線とともに示す ( $\tau_2=1.5 \text{ sec}$ ,  $\eta_1=4.9 \times 10^5 \text{ g}/\text{mm}^2 \cdot \text{sec}$ ,  $G_2=1.1 \times 10^5 \text{ g}/\text{mm}^2$ )。本実験結果とレオロジーモデルの挙動は比較的良く一致している。計算値との不一致の部分は、単一の遅延時間  $\tau_2$  を仮定したことによる。さらに精密なモデルにするためには、複雑な多要素モデル、あるいは、遅延時間の連続的分布を考えた、分布関数の導入が必要であろう<sup>(15)</sup>。

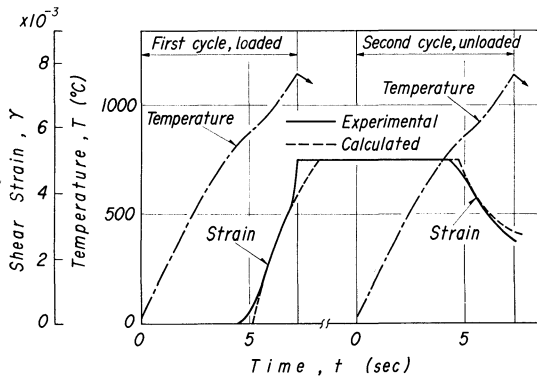


Fig. 11 Comparison between experimentally determined deformation behavior and the prediction of equation (4).

本図により、1 サイクル目の変態超塑性変形中に要素Ⅱの熱弾性変形が変態初期にあらわれ、変態の進行に伴って要素Ⅲの流動変形部が進行すると仮定してみる。このモデルでは、2 サイクル目の形状回復ひずみは本図から明らかのように遅延弾性ひずみとして当然あらわれてくる。レオロジーモデルによるとこの回復部分は要素Ⅱがその責任を負っているのであるから、熱弾性部の変形量のみが回復し、要素Ⅲの流動部は永久変形するのではないのであろうか。

そう考えると、変態超塑性変形において、 $m$  値が1の強度の超塑性変形とはこの熱弾性部であろう。そして、この部分は変態初期にあらわれる変形であるとするれば、初期変形の  $T_{\max}$  が低い効果あるいは回復変形量と作用応力  $\sigma$  との比例関係の成立とはうまく説明できる。さらに線形則成立範囲を越えて大変形を与えた場合は、要素Ⅲが非線形粘弾性を示すからその部分が永久ひずみとして残り、回復率の低下となり、低作用応力効果が説明できる。加熱速度効果は熱弾性域の拡大に効果としてあらわれ、変形速度の増大に伴って要素Ⅲの効果が遅延し、要素Ⅱによる変形が高温度まで拡大されると考えている。

## V. 結 言

Ti-6 Al-4 V の変態超塑性現象に関連して現われる異常

な回復ひずみについてその挙動を調べ、変形履歴である変態超塑性変形との関係を比較検討し次の結果を得た。

(1)  $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$  変態超塑性ひずみの発生温度区間に対応して、一方向的形状記憶効果を示した。

(2) 形状回復率は変態超塑性変形履歴に依存する。すなわち、変態超塑性変形時の熱サイクル上限温度、作用応力、加熱速度に依存し、ひずみ速度感受性指数  $m=1$  の強度の超塑性変形に対応して大きな回復率を示す傾向にあることが判明した。

(3) 変態超塑性変形と形状回復をレオロジーの Voigt 4 要素モデルと対比して本実験結果を考察した。

## 文 献

- (1) 井口信洋：塑性と加工，10(1969)，190。
- (2) 井口信洋：金属学会会報，13(1974)，125。
- (3) 井口信洋，岡 良樹，早乙女康典：金属学会誌，38(1974)，725。
- (4) W. J. Buehler, J. V. Gilfrich and R. C. Wiley: J. Appl. Phys., 34(1963)，1475。
- (5) 永沢 耿：金属学会会報，10(1971)，47。
- (6) B. A. Apaev and B. I. Voronenko: Metal Science and Heat Treatment, 15(1973)，24。
- (7) 大塚和弘：金属学会第Ⅰ総合分科，熱弾性マルテンサイトと形状記憶効果シンポジウム予稿，(1974)，19。
- (8) A. G. Guy: Introduction to Materials Science, 渡辺亮治，諸住正太郎共訳：材料科学，下，丸善，(1974)，405。
- (9) 井本立也：概説レオロジー(下)，東京化学同人，(1963)，115。
- (10) H. Tas, Delaey and A. Deruyttere: J. Less-Common Metals, 28(1972)，141。
- (11) G. W. Greenwood and R. H. Johnson: Proc. Roy. Soc., 283 A(1965)，403。
- (12) 永沢 耿，江南和幸，稔野宗次：金属学会講演概要，(1974・11月)，168。
- (13) J. J. Burke and V. Weiss: Ultrafine-Grain Metals, 16th Sagamore Army Materials Research Conference, Syracuse University Press, (1970)，363。
- (14) 山本三三三：物体の変形学，日本材料学会編，誠文堂新光社，(1972)，161。
- (15) 中川鶴太郎，神戸博太郎：レオロジー，みすず書房，(1970)，399。