

Study on Residual Stress Analysis of Composite Material Using Synchrotron Radiation

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-10-03 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/2297/554

シンクロトロン放射光による 複合材料の残留応力解析に関する研究

佐々木敏彦* 根本 真倫*

Study on Residual Stress Analysis of Composite Material Using Synchrotron Radiation

by

Toshihiko SASAKI* and Masanori NEMOTO*

1 緒 言

複合材料の相応力解析には単相体の X 線の弾性定数が必要である¹⁾。この単相体の X 線の弾性定数を理論的に求める方法として、従来より Kröner モデルを用い、単結晶の弾性定数データから計算して求める手順が提案されている。ところが、この方法の適用対象は厳密には単結晶データが存在する物質に限られるため、基礎データが未測定であるような種々の新しい合金などでは適用できない。

合金の単結晶の弾性定数についてはデータベース化がされているが²⁾、この値を求めるためには単結晶の作製が必要であり、材料によっては測定が困難な場合もある。このため、Hauk⁵⁾らは作製が容易な多結晶試料から単結晶の弾性定数を求める方法を提案している。その後、Hayakawa らによる測定理論の拡張や、田中らによる六方晶 $\beta\text{Si}_3\text{N}_4$ への適用方法などが検討された。しかし、いずれも実験室で利用可能な特性 X 線を用いて実験が行われている。

本研究では、シンクロトロン放射光³⁾⁴⁾ (以下 SR 光) を用いて、高精度に多結晶体から単結晶の弾性定数を求めるための検討を行った。シンクロトロン放射光は、高輝度、高指向性、任意波長使用可能 (モノクロメータによる波長の調節により高角な Bragg 角を選択できる)、などの特長があり、迅速に高精度な測定が期待できる。そこで、本実験では Hauk・Kockelmann らの方法 (以下方法 1)⁵⁾ 及び、Hayakawa らの方法 (以下方法 2)⁶⁾ を用い、実際に複合材料

の構成相として使用されている S50C, Fe-Cr 合金鋼, Al-Si-Cu-Mg 合金, Ni-Co-P 合金について測定を行い、両測定方法の比較並びに各材料の単結晶弾性定数について検討した。

2 測定理論

2・1 Hauk・Kockelmann らの方法 (方法 1)⁵⁾
方位ファクター 3Γ を次式で定義する。

$$3\Gamma = 3 \frac{h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2}{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (1)$$

ここで、 hkl はミラー指数である。また、 G をせん断弾性率、及び K を体積弾性率であり、ヤング率 (E)、ポアソン比 (ν) を用いて次式が成り立つ。

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (2)$$

$$K = \frac{E}{3(1-2\nu)}$$

単結晶の弾性コンプライアンスを S_{ij} とすると独立成分は S_{11} , S_{12} , S_{44} の 3 つとなり、次式で表される。(立法晶の場合)

$$S_{11} = \frac{K(3s_1(3\Gamma=0) + \frac{s_2}{2}(3\Gamma=0))}{3K + 4G - 12KG(3s_1(3\Gamma=0) + \frac{s_2}{2}(3\Gamma=0))} \quad (3)$$

$$+ \frac{4(K+2G)\frac{s_2}{2}(3\Gamma=0)}{6(K+2G) + (8G+9K)(1-2G\frac{s_2}{2}(3\Gamma=0))}$$

$$S_{22} = \frac{K(3s_1(3\Gamma=0) + \frac{s_2}{2}(3\Gamma=0))}{3K+4G-12KG(3s_1(3\Gamma=0) + \frac{s_2}{2}(3\Gamma=0))} \quad (4)$$

$$\frac{2(K+2G)\frac{s_2}{2}(3\Gamma=0)}{6(K+2G)+(8G+9K)(1-2G\frac{s_2}{2}(3\Gamma=0))}$$

$$S_{44} = \frac{6(K+2G)(\frac{s_2}{2}(3\Gamma=0) + \frac{s'_2}{2})}{10G + \frac{15}{2}K - G(8G+9K)(\frac{s_2}{2}(3\Gamma=0) + \frac{s'_2}{2})} \quad (5)$$

ここで、 $s_2/2$ 、 s_1 、 $s'_2/2$ は次のように表される。

$$\frac{s_2}{2} = \frac{1+\nu}{E} \quad (6)$$

$$s_1 = -\frac{\nu}{E}$$

$$\frac{s'_2}{2} = \frac{\partial}{\partial(3\Gamma)} \cdot \frac{s_2}{2}(3\Gamma)$$

また、弾性コンプライアンス (S_{ij}) から弾性スティフネス (C_{ij}) への変換は次式を用いる。

$$S_{11} + 2S_{12} = \frac{1}{C_{11} + 2C_{12}} \quad (7)$$

$$S_{11} - S_{12} = \frac{1}{C_{11} - C_{12}}$$

$$S_{44} = \frac{1}{C_{44}}$$

2・2 Hayakawa らの方法 (方法2)⁶⁾

立方晶試料の hkl 面の回折ピーク位置より計算される格子定数は、次式で与えられる。

$$a_{hkl} = (1 + \alpha\sigma)a_0 + \beta\sigma a_0\Gamma + C \cos\theta \cot\theta \quad (8)$$

ここで、 a_0 は無応力状態での真の格子定数であり、 σ は試料表面層における単軸負荷応力である。 α および β は X 線の弾性定数を表す係数であり、 Γ は式(1)で表される方位ファクターである。また、右辺の第3項は X 線回折実験における試料面とディフラクトメータ中心とのずれによる補正項であり、係数 C は、ずれ距離 δ とディフラクトメータ半径 R を用いて次式で表すことができる。

$$C = \frac{\delta a_0}{R} \quad (9)$$

また、複数のピークから求めた a_{hkl} は、Bragg の条件式で求めた格子面間隔 d と立方晶の格子面間隔の関係から次式を用いて求めることができる。

$$d = \frac{a_{hkl}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (10)$$

a_{hkl} を Γ 及び $\cos\theta \cot\theta$ を変数とする平面に最小自乗法を適用することにより、式(8)の係数、

$(1 + \alpha\sigma)a_0$ 、 $\beta\sigma a_0$ および C が求まる。最初の2項を負荷応力 σ に対してプロットし、各々の傾きを a_0 で除せば、 α および β が求められる。これらと多結晶体のヤング率 E を用いて次式のように、単結晶の弾性定数 C_{11} 、 C_{12} 、 C_{44} が求まる。

$$a = \frac{1}{3} \left(\frac{1}{3K} - \frac{1}{2G} \right) - \frac{1}{2} T \quad (11)$$

$$\beta = \frac{5}{2} T \quad (12)$$

$$T = \frac{1}{3} \left(\frac{1}{\xi} - \frac{1}{G} \right) / \left(\frac{8G+9K}{6G+3K} \times \frac{G}{2\xi} + 1 \right) \quad (13)$$

$$G^3 + \frac{9K+4\xi}{8} G^2 - \frac{3K+12\xi}{8} G\mu - \frac{3K\xi}{4} \mu = 0 \quad (14)$$

$$\frac{1}{3K} = \frac{3}{E} - \frac{1}{G} \quad (15)$$

$$K = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} \quad (16)$$

$$\xi = \frac{C_{11} - C_{12}}{2} \quad (17)$$

$$\mu = C_{44} \quad (18)$$

ここで、式(11)、(12)⁷⁾ は X 線の弾性定数を Kröner によって導入されたカップリングパラメータ T を用いて表したものであるが、X 線の弾性定数を単結晶の弾性定数を用いて表したものである。式(14)は多結晶体のせん断弾性率 G を単結晶の弾性定数を用いて表した式である。式(15)は多結晶試料における体積弾性率 K 、ヤング率 E 、せん断弾性率 G の関係を示す。

3 実験方法

3・1 供試材及び試験片

用いた供試材は、炭素鋼 S50C, Fe-Cr 合金鋼, 急冷凝固粉末冶金合金 (Al-Si-Cu-Mg), Ni-Co-P めっき (めっき厚50 μ m) の4種類である。各材料の化学組成を Table I に示す。S50C, Fe-Cr 合金鋼, Al-Si-Cu-Mg は平面研削加工を施した後, エメリー紙でランダム方向に研磨したものをを用いた。Ni-Co-P めっきはベーキング処理 (200 $^{\circ}$ C \times 1 hr) した状態の試験片を用いた。なお, これらの供試材は全て立方晶である。また, X線回折法から得られる測定結果は, 様々な結晶構造が均一化されたものであるため, 以下本試験片を合金扱いとす。なお, Al-Si-Cu-Mg は Al と Si の二相材とみなし解析を行った。

Table I Chemical components. (wt%)

S50C	Fe		C		
	Bal.		0.50		
Fe-Cr	Fe	Cr	Mo	Si	V
	Bal.	12	0.95	0.78	1.95
Al-Si-Cu-Mg	Al	Si	Cu	M	Fe
	Bal.	20	3.0	1.0	7.5
Ni-Co-P	Ni		Co		P
	Bal.		25		5.25

3・2 シンクロトロン放射光による回折実験

本実験は高エネルギー加速器研究機構の放射光施設におけるビームライン(BL)-3Aにて行った。実験室の配置図を Fig. 1 に示す。光速近くまで加速した電子が磁場の偏向を受けた時に, 軌道の接線方向に放出される電磁波をシンクロトロン放射光 (以下 SR 光) という。

光源より20.2mの位置にある Si(111)の2結晶モノクロメータを調節することにより約0.1~0.25nmの範囲内で任意の単色光を取り出すことが可能である。光学系を Fig. 2 に示す。測定には照射面積を一定にするため, 可変スリットを用いた。なお, 検出器には1次元検出器 PSPC⁸⁾を用いた。

測定条件においては, 回折角 2θ が154 $^{\circ}$ にな

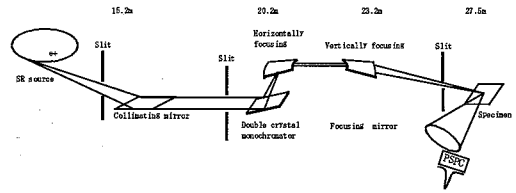


Fig. 1 Layout of the beam line BL-3 A

るよう波長を調節した。なお, 測定回折面及び用いた波長の一覧を Table II に示す。方法1において炭素鋼 S50C, Fe-Cr 合金鋼, Al-Si-Cu-Mg は $\sin^2\psi$ を 0~0.6までの13点測定を3回行った。Ni-Co-P めっきに関しては測定時間の都合上, $\sin^2\psi$ を 0~0.6までの7点測定を1回を行った。方法2においては各材料とも各負荷段階の $\psi = 0^{\circ}$ を5回測定した。

負荷ひずみは四点曲げジグを用いて, Ni-Co-P めっきは 0, 250, 500, 750, 1000 ($\times 10^{-6}$) の5段階, Ni-Co-P めっき以外の試料においては 0, 200, 400, 600, 800 ($\times 10^{-6}$) の5段階を与えた。又, 解析過程で用いた機械的弾性定数を Table III に示す。機械的弾性定数は, 万能材料試験機 (島津オートグラフ EHF ED-10) を用い, 四点曲げにより得られたひずみと負荷の関係により求めた。

4 実験結果及び考察

4・1 Hauk・Kockelmannらの方法(方法1)

$\sin^2\psi$ 法により得られた S50C, Fe-Cr 合金鋼

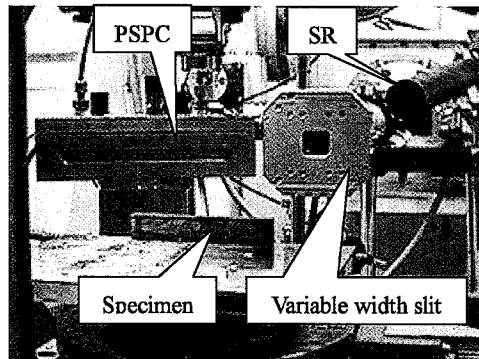


Fig. 2 Optical apparatus for stress measurement.

Table II Diffraction line and used

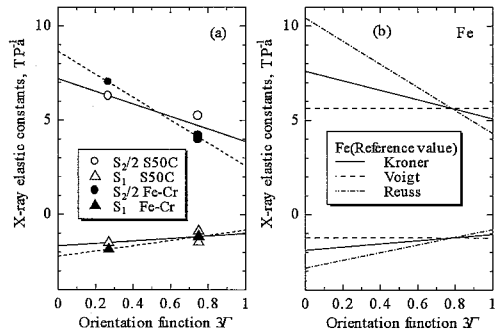
Material	S50C, Fe-Cr					Al-Si-Cu-Mg				Ni-Co-P		
	211	220	310	311	222	400	331	420	422	220	311	222
Wavelength λ , nm	0.24	0.20	0.18	0.24	0.23	0.20	0.18	0.18	0.16	0.24	0.21	0.20

Table III Mechanical elastic constants.

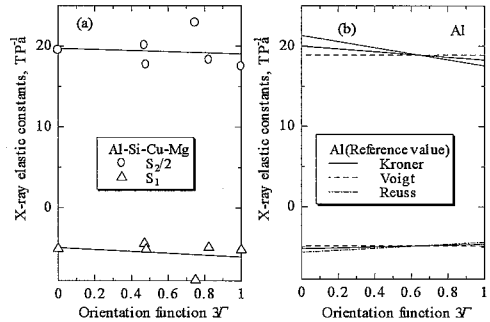
	Young's modulus	
	E , GPa	Poisson's ratio ν
S50C	206	0.28
Fe-Cr	212	0.28
Al-Si-Cu-Mg	99.4	0.27
Ni-Co-P	252	0.34

の各回折面の $s_{2/2}$, s_1 を Table IV に示す。これらと方位ファクター Γ との関係を図示したものが Fig. 3 (A-a) である。なお, Fig. 3 (A-b) は Fe の文献値⁹⁾から求めた Kröner¹⁰⁾, Voigt¹¹⁾, Reuss¹²⁾ の各モデルによる X 線の弾性定数について示した。Fig. 3 (A-a) から方位ファクター Γ に対し、傾き ($s'_{2/2}$, s'_1) と切片 ($s_{2/2}(3\Gamma=0)$, $s_1(3\Gamma=0)$) を Table V に示した。Table V の値と G , K を式 (3) ~ (5) に代入することにより単結晶の弾性コンプライアンスが求まる。また、弾性スティフネスは式 (7) に弾性コンプライアンスを代入することで求まる。本理論を用いて求めた単結晶の弾性定数を Table VI に示す。表の誤差は 68.3% 信頼限界を示す。

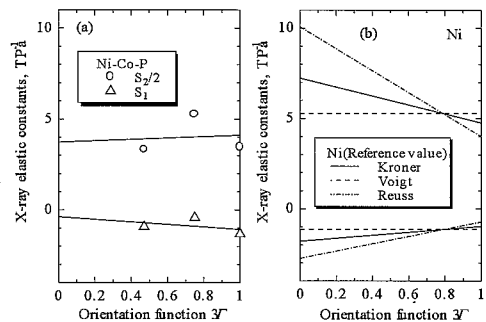
表より、Fe-Cr 合金鋼よりも S50C の方が Fe の Kröner モデルに近い傾向を示していることがわかる。Fe-Cr 合金鋼は、 C_{44} の値のみ Fe の文献値と大きく異なっていた。これは、Cr の影響が原因とも考えられるが、信頼限界が他の材料に比べ大きく、より精度を高める必要があると考えられる。また、測定精度が低下した原因としては、今回用いた波長の場合、Cr の吸収係数が大きく、 S/N 比の小さなプロファイルしか得られなかったためと考えられる。Fig. 3 (B) において、Al-Si-Cu-Mg は、添加物の影響により回折強度は小さかったが、他の材料に比べ多くの回折面が測定可能であったため、精度



(A) S 50 C, Fe-Cr



(B) Al-Si-Cu-Mg



(C) Ni-Co-P

Fig. 3 Relationship between X-ray elastic constants and orientation function.

の良い結果が得られていた。一方、Ni-Co-P めっきにおいて、 C_{12} は負の値を示すなど、十分な精度が得られなかったと思われる。これはFe-Crと同様、吸収係数の問題、 hkl の数が十分とれなかったことが原因と考えられる。吸収係数については回折側にモノクロメーターを取り付けることで改善が期待できるので、今後検討していく予定である。

4・2 Hayakawaらの方法(方法2)

実験により得られた結果から、格子定数 a_{hkl} と $\cos\theta \cot\theta$ の関係をFig. 4 (a)に、試料位置補正された格子定数 $a_{hkl} - C\cos\theta \cot\theta$ と方位ファクターの関係をFig. 4 (b)に示す。また、各負荷応力の変化に対し、切片及び傾きについて表したものをそれぞれFig. 5に示す。Fig. 5 (a)の傾きから α が求まり、(b)の傾きから β が求まる。式(12)を T について解き、式(11)、(13)にそれぞれ代入し T を消去し、式(11)、(15)より、 K について解くと次式が得られる。

$$K = \frac{1}{6\alpha + \frac{6}{5}\beta + \frac{3}{E}} \tag{19}$$

式(19)より、 K が求まり、 K を式(15)に代入して G が求まる。 K 、 G を式(13)に代入して μ が求まる。さらに、式(14)より、 μ について求める。求まった各係数を一覧にし、Table VIIに示す。ここでは確認のため通常用いられているS50Cの計算値を示す。表中には68.3%信頼限界を示した。なお、S50Cのステイフネス再計算したところ $C_{11}=256$ 、 $C_{12}=192$ 、 $C_{44}=131$

Table IV X-ray elastic constants of S 50 C and Fe-Cr.

hkl	S50C		Fe-Cr	
	$s_{2/2}, \text{TPa}^{-1}$	s'_1, TPa^{-1}	$s_{2/2}, \text{TPa}^{-1}$	s'_1, TPa^{-1}
211	4.167	-1.475	4.218	-1.194
220	5.248	-0.878	3.989	-1.157
310	6.300	-1.493	7.016	-1.845

Table V Experimental result of parameters.

	S50C	Fe-Cr
$s_f(3\Gamma=0), \text{TPa}^{-1}$	-1.6711	-2.222
$s_{2/2}(3\Gamma=0), \text{TPa}^{-1}$	7.1962	8.655
s'_1, TPa^{-1}	0.6593	1.396
$s'_{2/2}, \text{TPa}^{-1}$	-3.3181	-6.068

Table VI Results of single-crystal elastic constants.

	C_{11}, GPa	C_{12}, GPa	C_{44}, GPa
S50C	227 ± 15	112 ± 6.5	181 ± 9.5
Fe-Cr	214 ± 44	152 ± 43	312 ± 26
Al-Si-Cu-Mg	77 ± 5.6	56 ± 1.7	13 ± 1.2
Ni-Co-P	304 ± 143	-56 ± 62	154 ± 92

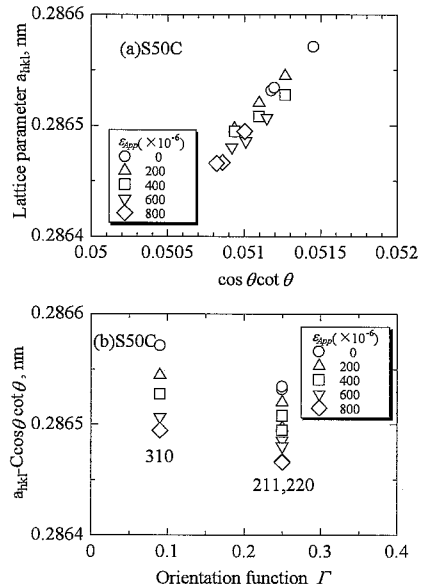


Fig. 4 (a) Relationship between lattice parameter a_{hkl} and $\cos\theta \cot\theta$, (b) relationship between lattice parameter $a_{hkl} - C\cos\theta \cot\theta$ and orientation function Γ .

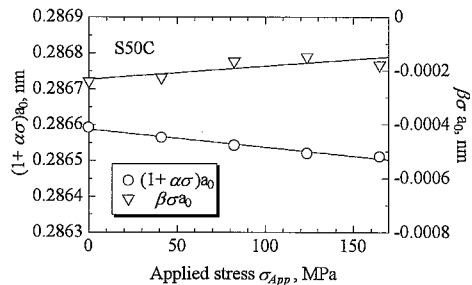


Fig. 5 $(1+\alpha)a_0, \beta\sigma a_0$ vs. applied stress.

(GPa)であり、文献値に近い結果が得られた。

同様に求めた各材料の格子定数 $a_{hkl} \cdot C \cos \theta \cot \theta$ と方位ファクター Γ の関係、及び各負荷応力の変化に対し、その切片及び傾きについて表したものをそれぞれ Fig. 6 に示す。また、得られた単結晶の弾性定数 Table VIII に示す。方法 2 は各負荷段階での $\psi = 0^\circ$ のみの回折プロファイルから単結晶の弾性定数を求めるため、測定精度が問題となるが、SR 光を用いることで解決できると期待される。特に Fe-Cr, Ni-Co-P については、方法 1 より改善されているのがわかる。低回折強度の場合は、入射角の傾きによる強度の低下の影響が大きいため、方法 2 が適していると考えられる。また、方法 2 は方法 1 よ

りも測定時間が大幅に短縮でき、全体的に方法 2 は測定精度が良いことが確認できた。

一方、Hauk・Kockelmann らの方法(方法 1) は多くの回折面が測定可能である材料に対しては有効であり、また、高輝度な SR 光を用いることで、精度の改善が期待できると考えられる。

6 結 言

シンクロトロン放射光の特長を生かし Hauk・Kockelmann らの方法(方法 1), Hayakawa らの方法(方法 2) を用いて立方晶多結晶から単結晶の弾性定数を求めた。得られた知見をまとめると次のようになる。

- (1) 単結晶の弾性定数の測定にシンクロトロン放射光が適していることが確認できた。
- (2) Hauk・Kockelmann らの方法は、多くの回折面が測定可能である材料に対して有効であることが確認できた。
- (3) Hayakawa らの方法は各負荷段階での $\psi =$

Table VII Calculated value of S 50 C.

	Calculated value
α , GPa ⁻¹	-0.0017683 ± 0.000056
β , GPa ⁻¹	0.00169053 ± 0.00021
G , GPa	79.6 ± 0.18
K , GPa	167.1 ± 2.3
ξ , GPa	56.4 ± 2.7
μ , GPa	99.7 ± 2.6
C_{11} , GPa	256 ± 1.9
C_{12} , GPa	192 ± 4.0
C_{44} , GPa	131 ± 2.6

Table VIII Results of single-crystal elastic constants.

	C_{11} , GPa	C_{12} , GPa	C_{44} , GPa
S50C	256 ± 1.9	192 ± 4.0	131 ± 2.6
Fe-Cr	260 ± 29	150 ± 19	104 ± 22
Al-Si-Cu-Mg	194 ± 25	92.5 ± 18	28.9 ± 3.3
Ni-Co-P	299 ± 26	192 ± 65	139 ± 47

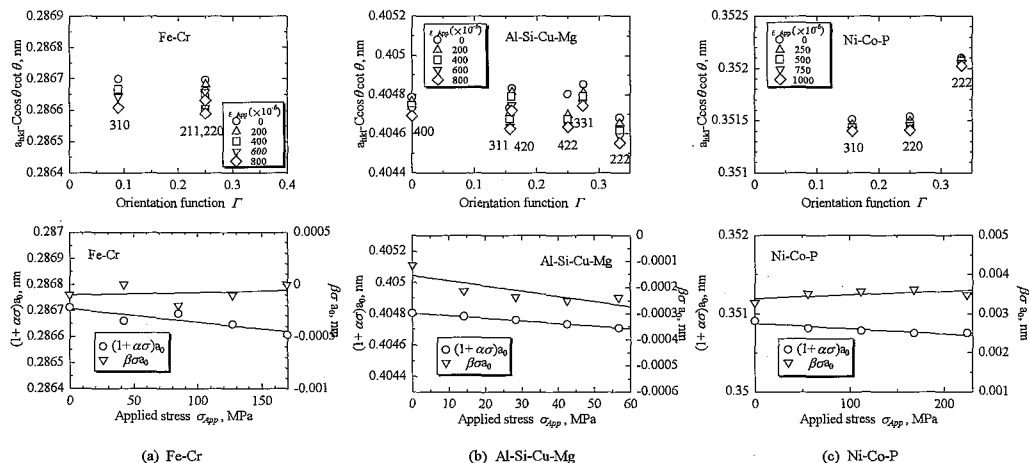


Fig. 6 Calculation process of elastic constant of single crystal.

0°のみの測定により、測定時間が短縮され、特に回折強度の小さい材料に対しては測定精度の向上が確認できた。

本実験は、高エネルギー加速器研究機構の放射光実験施設 (PF) の BL-3A にて行った。

(受理番号：98G265, 99G037)。ビームラインの調整は高エネルギー加速器研究機構の放射光施設の森丈晴氏、新居浜高専の川崎宏一先生にお世話になりました。また、実験は東京都立大学院生鈴木裕士氏、中村彰宏氏、金沢大学院生齋藤徹氏、渡邊英明氏、柳澤寿氏にお世話になりました。また、本研究を進めるにあたり比良光善氏 (金沢大学大学院生・現 (株) 金沢村田製作所) にもお世話になりました。ここに感謝の意を記し、謝辞とさせていただきます。

参考文献

- 1) 田中啓介, 鈴木賢治, 第35回 X線材料強度に関するシンポジウム論文集, p.213 (1999), 日本材料学会
- 2) 例え ば, Landolt-Börnstein, "Zahlenwerte und Functionen aus Naturwissenschaften und Technik", Gruppe III, Band 1 (1966) Springer Verlag.
- 3) 吉岡靖夫, 松井久明, 長谷川賢一; 材料, 35-394 (1986)
- 4) 鷹合滋樹, 佐々木敏彦, 秋田貢一, 吉岡靖夫, 広瀬幸雄; 材料 p. 729-734, vol49, No 7 (2000)
- 5) V. Hauk and H. Kockelmann, Z. Metallkde, 70, 500-502, (1979)
- 6) M. Hayakawa, S. Imai and M. Oka, J. Appl. Cryst., 18, 513-518, (1985)
- 7) Bollenrath, F., Hauk, V and Muller, E.H.Z. Metallkd. 58, 76-82 (1967)
- 8) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一; 材料, 27-294 (1978)
- 9) 比企能夫, 弾性・非弾性 (材料科学と材料工学), 共立出版, 第3章73, (1972)
- 10) E. Kroner, Z. Phys, 151. 504-518, (1958)
- 11) W. Voigt: "Lehrbuch der Kristalphysik" (1928), 962 Teubner, Berlin
- 12) A. Reuss, Z. ang. Math. Mech., 9 (1929), 49.