

FCRA シナジー研 ○永納 保男 木太 拓志

理学電機株式会社 横山 亮一

1 緒 言

近年材料には高付加価値が求められており、異種材料接合体や複合材料が開発されている。それらの信頼性を評価するためには、微小領域の応力評価技術が必要である。本研究では数十 μm 程度の微小領域の応力測定を、実験室レベルで実現する技術の開発を目的とし、高輝度 X 線による X 線応力測定法を開発した。

開発技術の検証のため、立方晶ジルコニア単結晶に 4 点曲げで応力を負荷し、その側面に発生する主歪みを測定した。

2 実験方法

2.1 微小歪み測定方法の検討 単結晶または多結晶中の 1 個の粒子からの X 線回折パターンから歪み解析を行う技術について、すでにいくつかの方法が報告されている¹⁻³⁾、これらは歪みを 3 次元的に知るためにある座標系における歪み 6 成分 ϵ_{xx} , ϵ_{yy} , ϵ_{zz} , ϵ_{xy} , ϵ_{yz} , ϵ_{zx} を求めねばならないので、少なくとも 6 種類の互いに独立な回折面を測定する必要がある。しかし実際の測定結果には誤差が含まれており、面の選び方に解析結果が強く依存するため、少なくとも 8~12 面の測定が必要であることが T. Lorentzen らによって報告されている⁴⁾。これに対して Y. Suyama らは、測定対象を平面応力状態と仮定し、同一晶帯の 6 面について解析を行うことで 2 次元的な歪み成分の導出に成功しているが、これは立方晶の結晶を対象にした解析法であり、より一般的な結晶系については解析が困難である。そこで本研究では、どのような結晶系にも適用できるように、J. S. Chung らの報告した格子定数による解析方法³⁾を採用した。具体的には Fig. 1 のように、格子定数の a , b , c , α , β , γ を歪み負荷なしの場合とありの場合で比較し、それらを変換する行列 T を求めることにより得られる歪み 6 成分で主歪みの大きさと方向を解析する。

2.2 格子定数測定の手順 測定試料には立方晶の $\text{ZrO}_2\text{-10mol\% Y}_2\text{O}_3$ 単結晶を用いた。4 点曲げにより歪みを負荷できるように $5 \times 5 \times 50\text{mm}$ の矩形形状とし、試料面を (001)、長手方向を $[100]$ とした。試料面は曲げ荷重の負荷方向に対する側面とし、圧縮面に貼った歪みゲージで負荷歪み量を実測した。測定部位はゴニオメーターに取り付けられた CCD カメラによって観察し、試料面内での回転を行っても測定部位が移動しないことを確認した。入射 X 線に対して半割調整、インプレイン調整を行うことで、試料面とビームの位置関係を調整した。その後、20 種類以上の格子面に対して 2 回ずつ 4 軸角 (2θ , ω , ϕ , $2\theta_x$) を測定し、格子定数の計算を行った。なお室温変動による原点変動の影響を抑えるため、測定開始前の原点ずれを測定した後に、特定の面を約 1 時間おきに測定することで、他の回折面の 2θ 角を補正した。

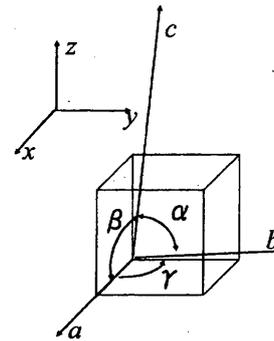
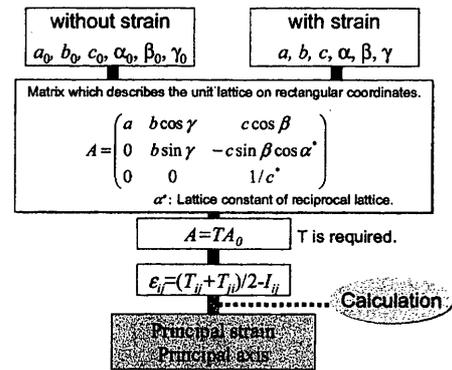


Fig. 1 Strain analysis by lattice constant comparison.

また格子定数計算にあたっては、回折強度が 300cps 以下の面および、回折プロファイルがいびつな面は削除したうえで、歪み無負荷では立方晶として格子定数を求め、歪みを負荷時は立方晶からわずかな変形を受けた三斜晶と考えた格子定数 a , b , c , α , β , γ を求めた。

3 結果および考察

歪み無負荷の試料の (004) 面に対する $2\theta/\omega$ プロファイルを図 2 に示す。(004) 面からは二つのピークが検出されているが、強度比が 2840 : 1492 であることと角度差から、低角側が $\text{Cu-K}\alpha_1$ によるもの、高角側が $\text{Cu-K}\alpha_2$ によるものであると言える。またそれぞれのピークの半価幅は 0.08° であり、入射 X 線の半価幅が 0.05° であることから、用いた試料の結晶性がきわめて良好であることがわかる。

このような試料に対して歪みを負荷した場合、負荷していない場合に、引張り面近傍、中立面近傍、圧縮面近傍の 3 点でそれぞれ格子定数を求め、それらから歪み成分を求めた。

歪み無負荷の試料の格子定数の測定結果を、同じ組成である $ZrO_2\text{-}10\text{mol}\% Y_2O_3$ の格子定数の文献値 (5.1441 \AA) と比較しても⁵⁾、ほぼ同じ値であり、高精度に測定が行われていることが分かる。このようにして側面の3点 (A, B, C) で測定を行い、固有値計算により主歪みを求めた結果を Fig. 4 に示す。歪みゲージで測定した歪み値からポアソン比 0.20 を用いて⁶⁾ 側面の歪み分布を見積もった結果も併せて示した。歪みゲージから見積もられた値と測定値との差は、 $20\sim 280 \mu\epsilon$ 程度であった。

4 結 言

部材の微小領域の歪み測定を行う技術を開発し、立方晶の $ZrO_2\text{-}10\text{mol}\% Y_2O_3$ 単結晶に対して歪み測定を行った。その結果、歪み負荷を行う前後の格子定数の変化から主歪みを求めることができ、歪みゲージから予測される歪み状態とほぼ同等の値が測定できることを確認できた。

謝 辞

本研究は経済産業省産業技術環境局が推進する「シナジーセラミックス」プロジェクトの一環として、NEDOの委託を受けて行われたものである。

参考文献

- 1) T. Imura, S. Weissmann and J. J. Slade, *Acta. Cryst.*, vol.15, 786, (1962).
- 2) Y. Suyama, S. Ohya and Y. Yoshioka, *J. Soc. Mat. Sci., Japan*, vol.48, 1437, (1999).
- 3) J. S. Chung and G. E. Ice, *J. Appl. Phys.*, vol.86, 5249, (1999).
- 4) T. Lorentzen and T. Leffers, "Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction", Kluwer Academic Publishers, 253, (1992).
- 5) Y. Murakami, I. Nagano, H. Yamamoto and H. Sakata, *J. Mat. Sci. Let.*, vol. 16, 1686, (1997).

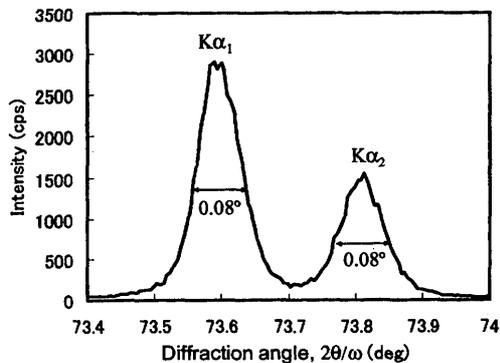


Fig.2 Diffraction profile of a ZrO_2 (004) plane.

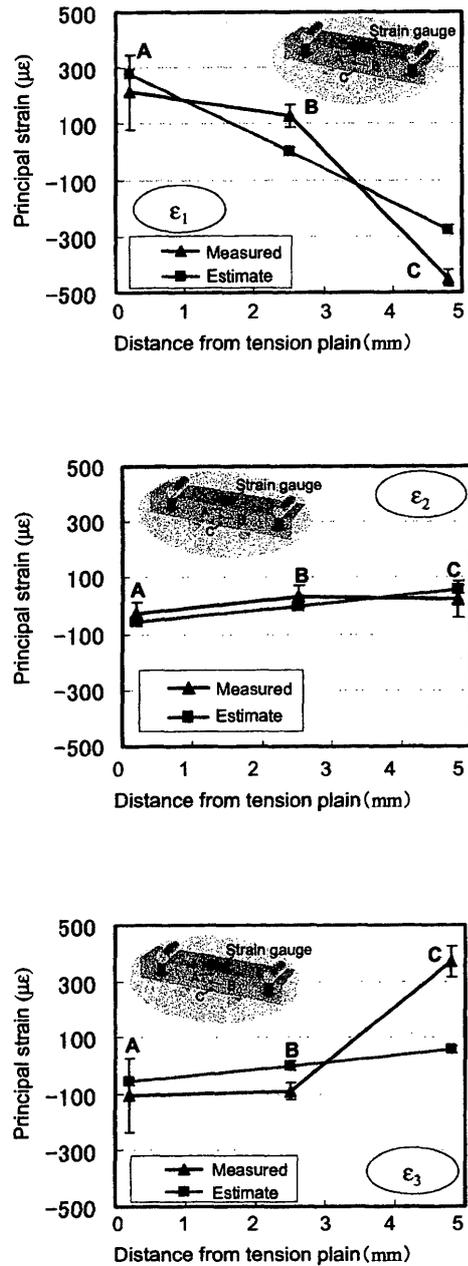


Fig.3 Relationship between the principal strains and the distance from tension plane.