

ISSN 0389-4010  
UDC 543, 442  
548, 73  
620, 18

# 航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-1400

新型 X 線応力測定装置の高温環境下への適用

青木由雄, 大谷真一

2000年1月

航空宇宙技術研究所  
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

# 目 次

第 1 章 緒言 .....	1
第 2 章 高速 X 線応力測定装置の開発 .....	2
2.1 測定法の基本 .....	2
2.2 $\sin^2\psi$ 法の原理 .....	2
2.3 単一入射法の原理 .....	3
2.4 X 線応力測定装置の信号処理方法 .....	4
2.5 X 線応力測定装置の構成 .....	6
2.6 新方式キヤリブレーションの原理 .....	7
2.7 新装置の測定精度の検証 .....	7
第 3 章 高温環境下の応力測定システムの構築 .....	9
3.1 加熱装置および温度計測 .....	10
3.2 高温用 4 点曲げ治具 .....	11
第 4 章 CVD 製法による SiC 薄板材の X 線応力測定 .....	12
4.1 X 線の弾性定数の算出法 .....	12
4.2 室温での X 線の弾性定数の測定 .....	12
4.3 X 線の弾性定数, X 線応力定数の測定結果 .....	13
4.4 SiC 薄板材の残留応力測定 .....	13
4.5 測定結果 .....	14
4.6 高温での SiC 薄板材の X 線応力定数測定 .....	15
4.6.1 粉末を用いた無ひずみ状態回折角の測定 .....	15
4.6.2 高温 X 線応力定数の算出結果 .....	15
第 5 章 冷却過程時の X 線応力測定 .....	16
5.1 急冷却時の X 線応力測定 .....	17
5.2 冷却過程での破損評価 .....	19
第 6 章 高温・多点応力測定の精度の検証 .....	19
6.1 再現性の検討 .....	20
6.2 加熱時の多点応力測定 .....	21
6.2.1 試験方法 .....	21
6.2.2 結果の検討 .....	22
第 7 章 結論 .....	23
謝 辞 .....	23
参考文献 .....	23

# 新型 X 線応力測定装置の高温環境下への適用

青木 由雄<sup>\*1</sup>, 大谷 真一<sup>\*2</sup>

## Application of Newly Developed X-Ray Stress Measurement Equipment for High Temperature Environment

Yoshio AOKI, Shin-ich OHYA

### ABSTRACT

Carbon-carbon composites coated by silicon carbide have been planned for use as the material for thermal protection structures of the spaceplane. To evaluate the high temperature strength characteristics of these materials, it is necessary to measure the stress induced by repeated thermal shock at the boundary of the coating layer or by connecting these composites with primary metal structures, and the major focus was speeding up the X-ray stress measurement. The point of improvement for the speedup was to measure two positive and negative diffraction profiles of X-ray injection angle by means of two detectors using PSPC type tubes. This speedup was also achieved by integrating the heating equipments with a stress analyzer, and by developing the software to control the system accurately and collect the measurement data. This is improvement enabled stress measurement under transient phenomena during heating.

**Key words:** X-ray stress analysis, Thermal shock test, Single exposure technique, Actual stress, Residual stress, Carbon/Carbon Composite, FGM coating

### 概 要

炭化珪素をコーティングされたC/C複合材料は宇宙往還機の熱防護構造材料として有望視されている。本材料の高温強度評価の一環として、急速加熱・冷却を繰り返した環境でコーティング層、あるいは耐熱複合材と金属主構造の結合部などの局所領域に発生する応力を解析するため、X線応力測定装置の測定の高速化を行った。高速化に当たり改良した点は、検出器に駆動走査の不要な位置検出型比例計数管（PSPC）を採用し、一つのX線入射角に対する回折環において角度の異なった二つの回折線を二台の検出器で測定することで高速測定を可能にした。また、高速X線応力測定装置と加熱装置などの各装置を統合し、的確な制御とデータ収集を行うために必要なソフトウェアを開発したことで高速化が達成された。これらによって加熱状態下の過渡的な応力測定が可能になった。

### 第1章 緒言

現在、我が国では有翼宇宙往還機の研究開発が進められているが、これらの計画を実現するには厳しい温度環境の中で大幅な構造重量の低減が不可欠である。そのため宇宙往還機の外壁材には、炭素繊維強化炭素複合材料

に炭化珪素を蒸着処理し耐酸化機能を付与することで高比強度に加え、耐酸化性、耐熱衝撃性を向上させた材料の適用が具体化されてきている。これら革新耐熱複合材料の強度評価を行うには、熱負荷の繰り返しなどの実働負荷状態でコ-テング層と母材との界面、あるいは織

\* 受付け 平成 11 年 9 月 7 日受付 (received 7 September 1999)

\* 1 構造材料総合研究グループ (Structures and Materials Research Center)

\* 2 武蔵工業大学 (Musashi Institute of Technology)

維と母材との界面に代表される接合部、および、これら耐熱複合材と金属主構造との結合部に生じる熱応力を的確に解析する手法の確立が必要である。

本研究では、金属材料の残留応力解析として有効な X 線回折法に着目した。従来の X 線応力測定法は、Macherauch らによって提唱された  $\sin^2\psi$  法が多く利用され、鉄鋼材料のみならずセラミックス系材料の測定にも十分に対応できるものである。しかし、 $\sin^2\psi$  法は 1 点の応力測定に複数の入射角の設定が必要とされる。また、汎用の X 線応力測定装置に搭載されている X 線検出器であるシンチレーションカウンターは駆動走査によって回折強度の測定を行うため非常に時間を要し、測定精度を保ちながら高速測定を行うことは困難である。

そこで、著者らは、熱負荷の繰り返しなど動的負荷状態下での応力を的確に解析できる高速 X 線応力測定装置の開発を行った。考案した装置<sup>1)2)</sup>は検出器に駆動走査の不要な位置比例計数管 (Position Sensitive Proportional Counter; 以下 PSPC) を採用した次元検出器により、一つの X 線入射角に対する回折環において角度の異なる二つの回折線を二台の検出器で測定することで高速測定を可能にしている。

また、材料加熱技術に関しては、高周波誘導加熱に着目して、平板状のコイルを用い材料の板厚方向に磁力線を発生させ誘起電流の損失を改良した誘導加熱装置を構築した。

ここでは、急速加熱・冷却を繰り返した環境下で結合部などに生じる応力を解析するために X 線応力測定装置と加熱装置などの各装置を統合し、的確な制御とデータ収集を行う上で必要なソフトウェアが開発され、評価システム全体の機能の向上が図られた。本測定システムの有効性を確認する目的で、SiC コーティング付カボン複合材料を供試材として高温環境下での応力測定が行われ、高速測定が実証された。

## 第 2 章 高速 X 線応力測定装置の開発

### 2.1 測定法の基本

本 X 線応力測定装置に採用した測定の基本は、X 線の入射角を変えない単一入射法 (Single Exposure Technique, 以下 SET 法) を基本とする。

単一入射法は現在標準的に行われている  $\sin^2\psi$  法による X 線応力測定を発展させた方法である。

ここでは、はじめに X 線応力測定法の基本概念として  $\sin^2\psi$  法について記述する。次に SET 法について記述する。

### 2.2 $\sin^2\psi$ 法の原理

多結晶材料に波長  $\lambda$  の特性 X 線を入射させると、図 1 に示すように Bragg の回折条件を満たす結晶粒によって、

X 線は回折する。このとき、X 線の波長  $\lambda$  は結晶の (hkl) 面の格子面間隔  $d$  と回折角  $\varphi$  において表される。

$$\lambda = 2d \sin \varphi \quad (1)$$

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

ここで  $a$ : 格子定数  $h, k, l$ : ミラー指数  
 $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ : 立法晶時の指数

材料表面の結晶が応力  $s_x$  により無ひずみ状態の格子間隔  $d_0$  から  $d_0 + Dd$  に変化した場合、それに伴う  $\varphi$  の変化量  $D\varphi$  は、式 (1) を全微分し、波長  $\lambda$  は一定であるので  $D\lambda = 0$  であることに留意すれば、次のように求まる。

添字 0 は無ひずみ状態を表す。添字  $f$  は試料面法線と結晶面法線のなす角。

$$D\varphi = \varphi - \varphi_0 = \tan \varphi (Dd / d_0) \quad (3)$$

従って、無ひずみ状態からの回折角の変化  $D\varphi$  を測定すれば格子面間のひずみ  $Dd / d_0$  を求めることが出来る。

つぎにこの格子面間のひずみを弾性論を用いて応力に変換する必要がある。図 2 に示すように格子面の方向を

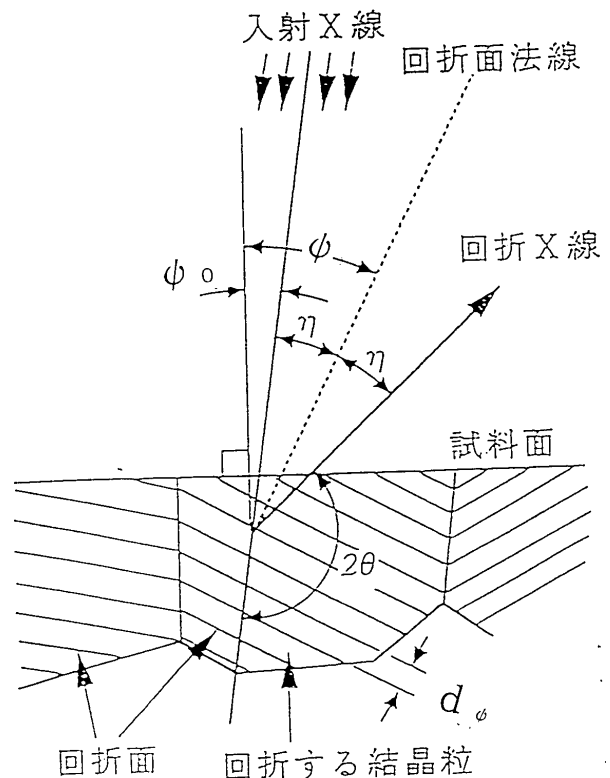


図 1 X 線回折現象の概要図

考慮したとき測定表面の垂線から  $s_x$  方向に  $y$  傾いた OP 方向の格子面間隔  $d_y$  が X 線回折により測定できるので、その  $y$  方向の格子ひずみ  $e_y$  は以下のように表せる。

$$e_f = \frac{d_f - d_0}{d_0} = -\frac{1}{2} \cot \alpha_0 (2q_f - 2q_0) \quad (4)$$

ここで実際の測定では  $2q$  を測定するので表現を  $q$  から  $2q$  に代えてある。また図中の  $s_1, s_2, s_3$  は点 O に作用している主応力である。(  $s_x + s_y = s_1 + s_2, s_3 = 0$  )

材料は等方均質体で、材料の表面では平面応力状態であり、X 線侵入深さ方向に応力勾配を持たせないという仮定の基では格子ひずみ  $e_f$  と応力  $s_x$  との関係はつぎのように示すことができる。

$$e_f = \frac{1+\nu}{E} s_x \sin^2 y - \frac{\nu}{E} (s_x + s_y) \quad (5)$$

ここで E はヤング率、 $\nu$  はポアソン比である。

また、式 (5) に式 (4) を代入すると次式が得られる。

$$2q_f = \frac{2(1+\nu)}{E \cot \alpha_0} s_x \sin^2 y - \frac{2\nu}{E \cot \alpha_0} (s_x + s_y) + 2q_0 \quad (6)$$

そして、式 (6) を  $\sin^2 y$  について微分すると式 (7) が導かれる。

$$\frac{\partial 2q}{\partial \sin^2 y} = \frac{2(1+\nu)}{E \cot \alpha_0} s_x \quad (7)$$

従って、2 つ以上の入射角  $y$  (実際は 4 点以上が望ましい) の位置における回折角  $2q_y$  を測定し、 $\sin^2 y$  に対して  $2q_y$  をプロットした線図 ( $2q - \sin^2 y$  線図) を描き、その回帰直線の傾きを求めれば応力  $s_x$  は次式で算出できる。

$$s_x = \frac{\partial 2q}{\partial \sin^2 y} K \quad (8)$$

ここで、K は X 線応力定数であり次式で定義される。なお  $p/180$  をかけたのはラジアン単位をディグリー単位に変換するためである。

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{p}{180} \cot \alpha_0 \quad (9)$$

以上の手順により X 線応力が求められるわけであるが、 $\sin^2 y$  法は等方均質弾性体を仮定して  $\sin^2 y$  線図を求めているため、特に粗い結晶組織や強い集合組織を有する材料、あるいは研削加工面など深さ方向に急激な応力勾配を持つ材料は  $\sin^2 y$  線図が直線関係を保持できないので適用が難しくなる。

従って、 $\sin^2 y$  線図は X 線応力測定の精度を検出する上でも内部構造の影響を見いだすためにも重要な線図である。実際に応力測定を行う際には、被測定材料の回折面と特性 X 線との組み合わせを考慮することが重要である。

### 2.3 単入射法の原理

単入射法の原理は、一つの X 線入射角に対する回折環において  $y$  角の異なる ( $y_1 = y_0 - h, y_2 = y_0 + h$ ) 二

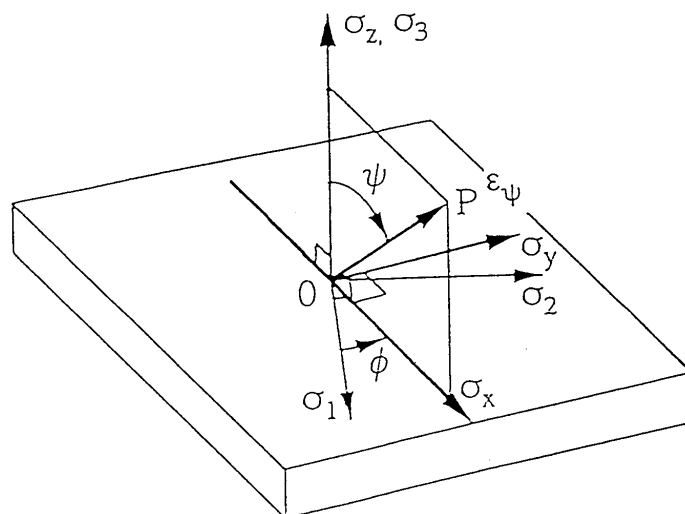


図2 ひずみと応力の関係

つの回折強度曲線をそれぞれ測定し、そのピ - ク位置  $2q_1, 2q_2$  を求め、次式により応力を算出する方法である。

なお、 $h$  は X 線回折強度を検出するための角度パラメータであり、被測定材料によって異なる値をとる。

図 3 に X 線入射角と回折環の位置関係を示す。

$$s_x = K M \quad (10)$$

$$M = \frac{\sqrt{2} \sigma}{\sqrt{\sin^2 \psi}} = \frac{2q_2 - 2q_1}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1} \quad (11)$$

K : X 線応力定数

この式からもわかるように、 $\sin^2 \psi$  線図における傾きを 2 点で決定することになるから  $\sin^2 \psi$  線図を作成する必要がなくなり、X 線応力定数 K を求めておけば簡単に応力を算出できる。そして 2 つの回折角を測定するだけで応力を算出できることから、測定時間の短縮が図れ、測定速度が要求される動的に変化する応力を測定するには有効な応力測定法である。その反面、 $\sin^2 \psi$  線図からの情報、たとえば X 線侵入深さ内の表面層における深さ方向の応力勾配の有無、集合組織や粗大結晶粒などの情報が得られず、応力が見かけ上算出できて測定可能な結晶状態か否かは判断できないという欠点がある。

単一入射法は 2 つの回折角から応力を算出できるが、測定誤差を小さくするには X 線入射角  $\psi_0$  を選択する必要がある。いま、X 線入射角における回折角における 2 つの回折角  $2q_1, 2q_2$  の測定誤差が一定と仮定したとき、 $\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1$  の値が大きくなるような X 線入射角  $\psi_0$  を

選んだ方が傾き M の誤差は小さくなる。そこで X 線入射角  $\psi_0$  を用いて  $\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1$  を表すとすると次式のようになる。

$$\begin{aligned} f(\psi_0) &= \sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1 \\ &= \sin^2(\psi_0 + h) - \sin^2(\psi_0 - h) \\ &= \sin 2h \sin 2\psi_0 \end{aligned} \quad (12)$$

ただし式中で  $2h$  : 回折角の補角  $h_1 = h_2 = h$  としている。この式で  $f(\psi_0)$  が最大値になるのは  $\psi_0 = 45^\circ$  であり、単一入射法で測定誤差の少ない応力測定を行うためには X 線入射角  $\psi_0$  を  $45^\circ$  に設定すれば良いことが判る。

#### 2.4 X 線応力測定装置の信号処理方法

高速化を図るために、駆動操作を必要としない位置敏感型比例計数管 (Position Sensitive Proportional Counter, 以下 PSPC) を開発したので以下に構成を記述する。

本製作した PSPC はアノード抵抗線方式の電荷分割型であり、その構造の概略図を図 4 に示す。コの字型のカソード (黄銅) の中央に、陽極として直径 7 mm、長さ 50 mm のカーボンファイバー (5 kW/cm) を一本張っており、その両端は信号処理装置に接続されている。またアノードの片端にはガス増幅のための高電圧 (約 1000 V) が印加されている。X 線検出器の窓はベリリウム (厚さ 0.3 mm) を用いている。検出ガスは PR ガスを用いたが、ガス流入・流出弁にストップバルブを用いて封入方式としている。

次に本研究に使用した電荷分割型位置検出システムを

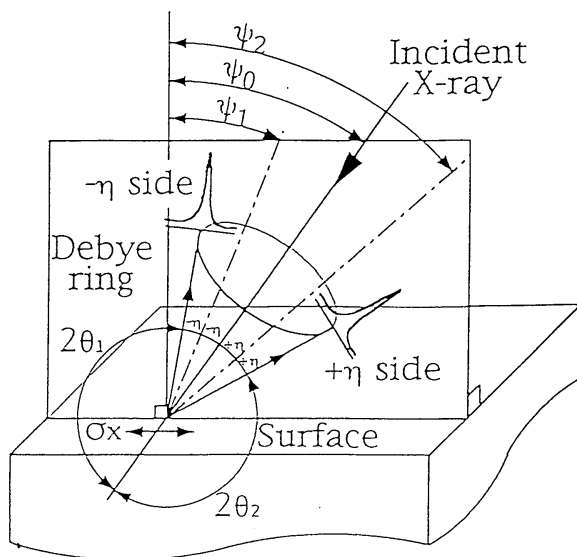


図 3 単一入射法の測定原理図

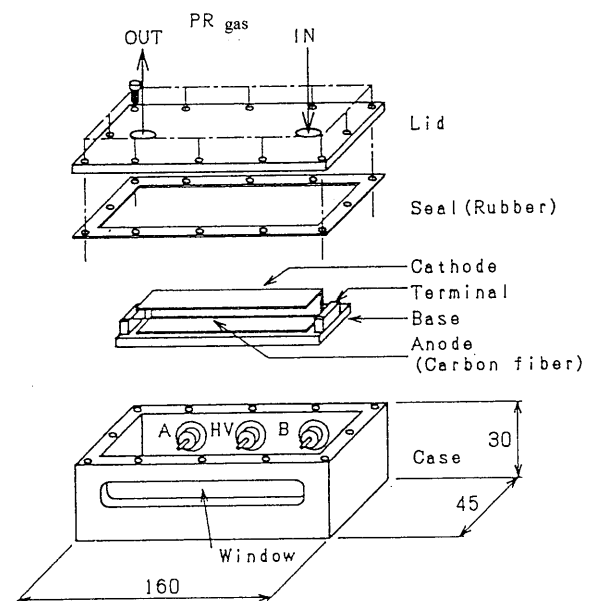


図 4 アノード抵抗型 PSPC の構造

図5に示す．電荷分割法による位置検出原理は以下の通りである．

いま X 線照射がアノード下端から位置 X の点に入ったとすると，X 線照射によりガス増幅された電荷は，それぞれのインピーダンスの逆比として内分され，両端に接続された電荷増幅器に入力される．それぞれの電荷増幅器における出力電圧を  $V_A, V_B$  とすると  $V_A / (V_A + V_B)$  の割算を行うことにより X 線照射の位置 ( $X/L$ ) が求まる．

信号処理回路を概説すると，分子信号である  $V_A$  は一端の電荷増幅器出力を波形整形することで作られ，また分母信号である ( $V_A + V_B$ ) は両端の増幅器の出力をアナログ加算器に入力しこの出力を波形整形することにより作られる．分母信号が波高弁別の設定範囲内であれば分子・分母信号ともにリニアゲートを通過し，ストレッチャーで時間ピークの波高値が保持され各々 AD 変換される．この AD 変換値に乱数発生器からの拡張ビットを加えてデジタル信号  $D_A$  および  $D_{A+B}$  が得られ，分母のデジタル信号  $D_{A+B}$  は ROM に書き込まれているテーブルを参照し逆数  $1/D_{A+B}$  を得る．次に乗算器により

$$Ads = (\text{メモリーフルスケール}) \times (D_A) \times (1/D_{A+B})$$

の演算および有効数字の処理後， $Ads$  の値に該当するメモリーアドレスの内容に 1 が加えられる．したがって一定時間回折 X 線の計数を繰り返せば回折強度曲線はメモリーチャンネル (アドレス) に対する X 線計数値のヒストグラムとして得ることができる．

実際の検出装置は検出器 (PSPC) を回折環の  $-h$  側および  $+h$  側の回折線測定位置に設定されている．そして，信号処理は 2 個の PSPC を直列に接続し 1 台の割り算器を介して，1 台のメモリー部 (メモリーチャンネル数 512 ch) に接続する方法が採用されている．

本装置は 2 個の PSPC からの回折 X 線の位置情報を，2 つの PSPC の合成抵抗値を有した 1 個の PSPC からの出力として同時に信号処理が行われる．

ここで得られた全体の回折強度曲線において， $-h$  側の PSPC の抵抗を  $R_1$ ， $+h$  側の PSPC の抵抗を  $R_2$  とすると，回折強度曲線を構成するメモリー数  $M_1$  および  $M_2$  は

$$M_1 = 512 \times R_1 / (R_1 + R_2) \text{ ch}$$

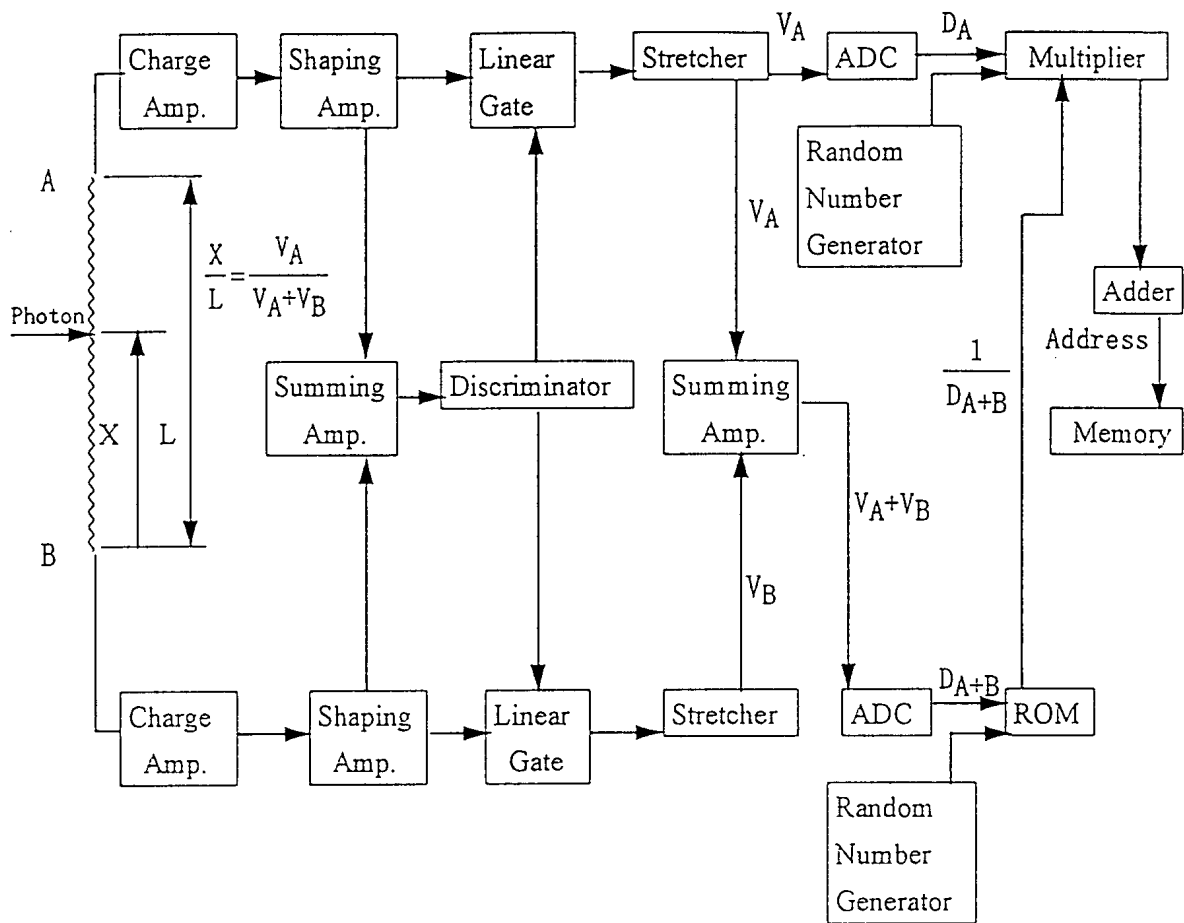


図5 電荷分割型位置検出システム

$$M_2 = 512 \times R_2 / (R_1 + R_2) \text{ ch}$$

となる。

つまり得られた回折線 1 ~ M 1 チャンネルまでが - h 側の回折線であり, M 1 + 1 ~ 512 チャンネルまでが + h 側の回折線である。

従って, 極端に抵抗値の異なるPSPCの組み合わせでは各々の回線を構成しているメモリー数が大きく異なり, 回折角決定の際の誤差により応力測定精度は低下する。

今回 製作した小型PSPCの抵抗値は28 kW 程度であり, ほぼ256チャンネルを境に - h, + h側の回折強度曲線が構成されている。

## 2.5 X線応力測定装置の構成

当初, 著者らがX線応力測定装置は鉄鋼材測定用として開発したので, それ以外の材料を測定することはできなかった。その原因を挙げると, Fe材を測定するに際して使用される特性X線はCr - Ka線, 回折面は $\alpha$  - Fe(211)面を用いるためにPSPCは $2\theta_0 = 156.4^\circ$ の位置に固定されており, 測定範囲は $153^\circ \sim 156^\circ$ と狭いものであった。また, X線回折強度曲線のピーク位置をPSPCで測定してチャンネルに保管し, メモリチャンネルアナライザを経てコンピューターにて角度に変換される。従って, チャンネルと角度の関係の校正式を求める作業(キャリブレーション)が必要である。実際に鉄鋼材を測定するに

おいては, 特性X線としてCr - Ka線を用い, 基準として無ひずみ状態の材料を必要とするために, Fe粉末の回折角 $156.4^\circ$ 並びにCr粉末の回折角 $153.17^\circ$ を測定し, チャンネルと角度との校正式を求めた。しかし, この方式は特性X線の種類や測定対象となる材料が変わった場合には, 検出器が固定であるために測定できない欠点を有していた。

以上のような問題点を解決するためにはPSPCの検出できる回折線の範囲を広げることが最低限必要である。またキャリブレーションについては方式自体改善しないと特性X線が変わるたびにPSPCの検出可能範囲内の2種類の粉末を用意しなければならないので, キャリブレーションが煩雑になる。そこでこれらの問題点を解決するためにPSPCの設置角度を可変とする新たな装置を開発した。図6にX線応力測定装置の光学配置図を示す。本装置の特徴を以下に記述する

- 1) PSPCの設置角度を可変とする目的で - h, + h両側のPSPCにゴニオメータを取り付けた。この結果PSPCの測定できる回折範囲は $146^\circ$ から $159^\circ$ の範囲になり従来装置に比べ $+10^\circ$ 拡大した。この結果検出できる回折線の範囲を広げることができ, これに伴って応力測定できる材料の対象も広がり, 本研究のセラミックス材料の測定が可能になった。
- 2) 改良した検出装置は無ひずみの粉末を2種類用いる必要がなく, キャリブレーションは測定対象材料の

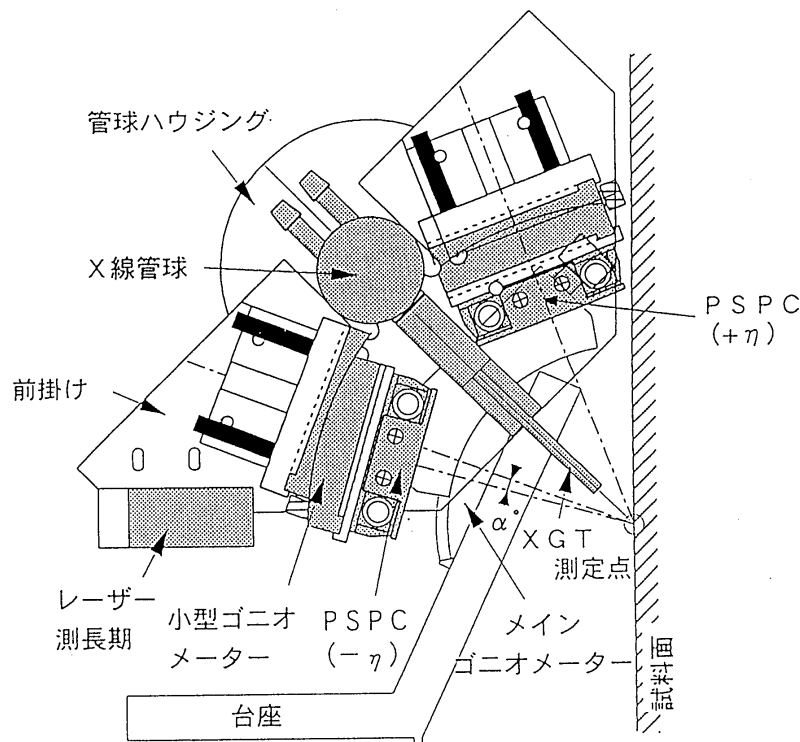


図6 X線応力測定装置の光学配置図



粉末だけで行えるようになった。

2.6 新方式キャリブレーションの原理

新装置ではPSPCの設置角度が可変となったため次のような新たなキャリブレーション方式が可能となった。図6に示した2機のPSPCを中立位置から $\alpha$ 傾けた位置で測定対象材料の粉末の回折強度曲線を得て半価幅法(回折強度プロファイルの半価幅を求め回折角を決定する方法)にてピークチャンネル $P_1$ を決定する。測定対象材料の無ひずみ状態の回折角 $2\theta_0$ はX線応力測定に使用する特性X線が決まれば決定されるので、各々のPSPCでそれぞれ

$$2\theta_0 + \alpha_{(\text{deg.})} = A \cdot P_1 + B \quad (13)$$

が成り立つ。次に図6の $+h$ 側のようになり、PSPCを中立位置に戻し、測定対象材料の粉末の回折強度曲線を得て半価幅法にてピークチャンネル $P_2$ を決定する。このときも回折角 $2\theta_0$ と $P_2$ の間には各々のPSPCで

$$2\theta_0(\text{deg.}) = A \cdot P_2 + B \quad (14)$$

がそれぞれ成立する。従って式(13),(14)より係数A,Bが決定されるのでチャンネルと角度の校正式が決定される。図7に新方式キャリブレーションの原理の模式図を示す。

このことから新方式のキャリブレーションでは従来方式のようにPSPCのX線検出範囲内に回折する2種類の粉末を用意する必要がなく測定対象材料の粉を用いるだけでよく、特性X線を変えた場合にも新たにPSPCのX線検出範囲内に回折する2種類の粉末を探す必要がない。従って測定準備段階での大幅な時間短縮が大いに期待で

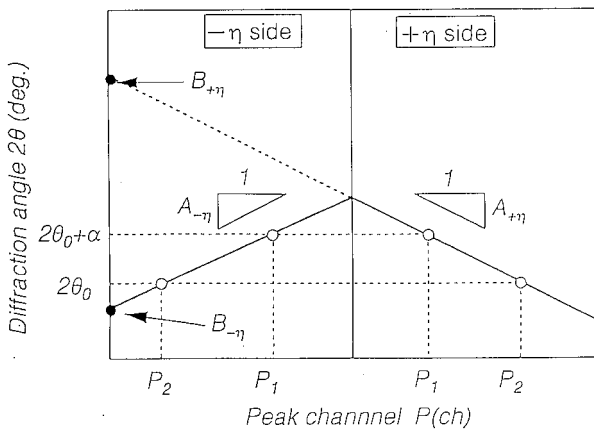


図7 キャリブレーション方式

きる。

なお新方式キャリブレーション用の数値処理プログラムはキャリブレーション操作に合わせて図8に示すフローチャートに従って開発した。

2.7 新装置の測定精度の検証

新装置での測定が従来装置と比較してどの程度の精度で測定が行えるかを検証した。検証に使用した鉄鋼材料のX線応力測定の条件を以下に示す。特性X線としてCrKa線、回折面は $\alpha\text{Fe}(211)$ 面を使用した。なお使用X線管球と回折面の組み合わせにおいて無ひずみ状態の回折角 $2\theta_0$ は日本材料学会の推奨値 $156.4^\circ$ を用いた。

図9は二粉末方式と一粉末方式でのキャリブレーション時に得られた回折強度曲線の一例を示す。図10に両方式によるキャリブレーションより得られた角度-チャンネル線図を示す。

キャリブレーションによる応力の誤差は次のように考えられる。2粉末方式の場合、半価幅法によりピークチャンネルが決定されるが、ピークチャンネルが誤差を持て

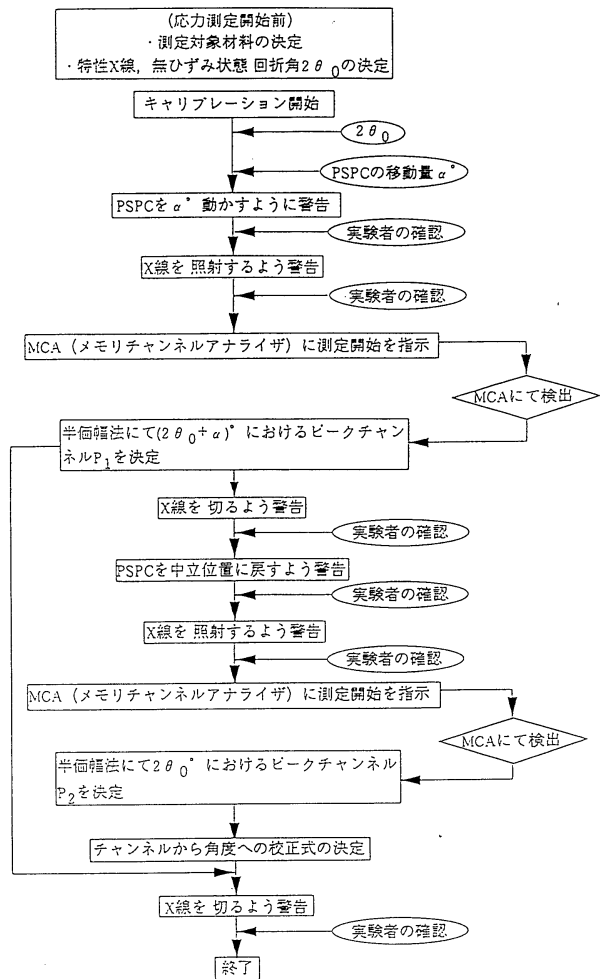


図8 キャリブレーションのフローチャート

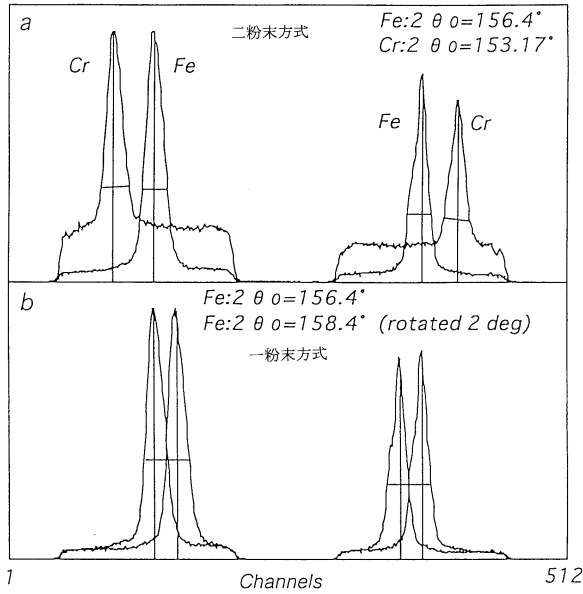


図9 キャリブレーション方式における回折強度曲線の1例

ば応力値の誤差として現れてくる．表1にキャリブレーション時の各回折角に対するピークチャンネルの偏りを示す．これらの平均値をピークチャンネル決定時に生じうる誤差とするとPSPCの角度の偏り  $D2\alpha$  は  $A_{-h}, A_{+h}$  の絶対値の平均値より

$$D2\alpha_{2pow} = \pm(0.103 \times 0.1535)$$

$$= \pm 0.0158^\circ$$

$$D2\alpha_{1pow.P} = \pm(0.110 \times 0.1328)$$

$$= \pm 0.0146^\circ$$

と算出できる．

なお，添字の2POWは二粉末方式，1POW.Pは一粉末方式・パウダーであることを表す．

ゴニオメータ  $1^\circ$  走査ことによって生じる誤差は  $+h, -h$  双方の平均をとっておよそ  $\pm 0.08$  (ch) 生じる．本実験ではゴニオメータを  $2^\circ$  走査してキャリブレーションを行った結果，PSPCの操作に伴って生じる角度誤差は以

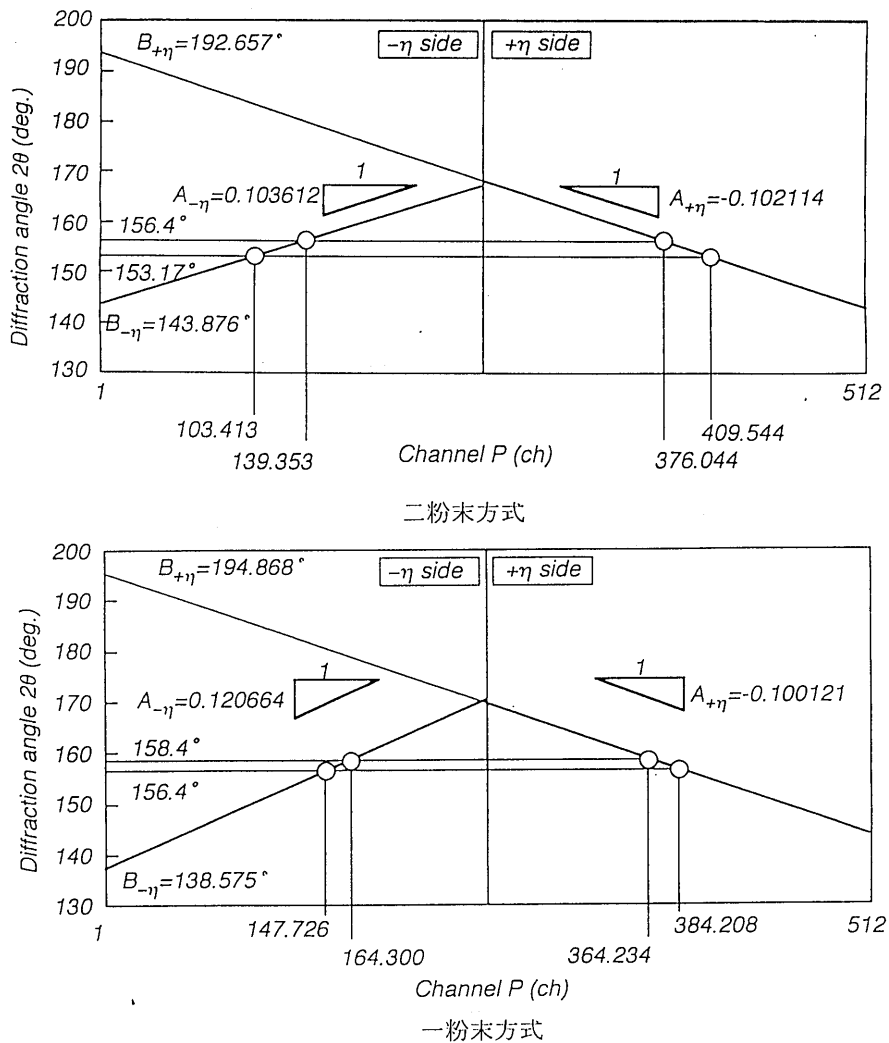


図10 キャリブレーションでの角度チャンネル線図

表 1 キャリブレーション時のピークチャンネルの偏り

Method	PSPC	2 <sub>σ</sub>	Peak channel ( average, ch )	Peak Channel ( ch, 68.3% Reliability )
2-Powder	-	153.17	103.413	0.169
		156.4	139.353	0.121
	+	153.17	409.544	0.153
		156.4	376.044	0.171
1-Powder	-	158.4	158.413	0.052
		156.4	139.11	0.093
	+	158.4	356.463	0.2
		156.4	376.047	0.186

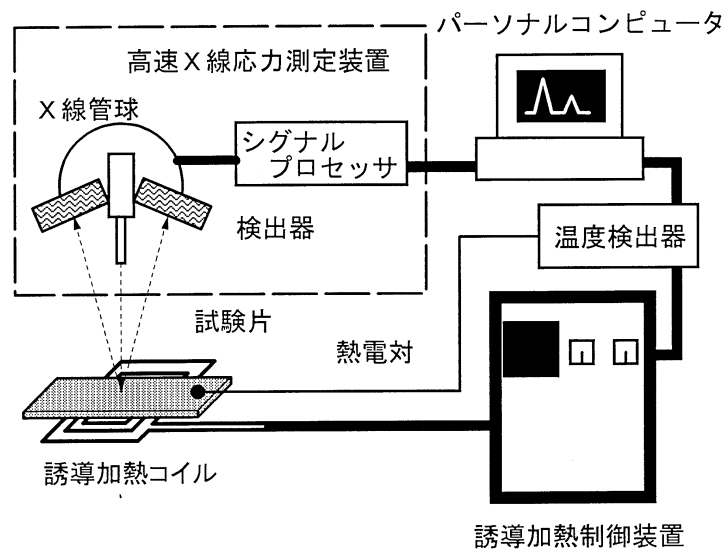


図 11 高温環境下の応力測定システム構成図

下の値を得た .

$$= \pm 10.23 \text{ (MPa)}$$

$$D2\alpha_{1\text{POW.G}} = \pm(0.08 \times 2 \times 0.110) \\ = \pm 0.0176^\circ$$

なお、添字の 1POW.G は一粉末方式の角度であることを表す。従って単粉末方式のキャリブレーションによる PSPC の最大誤差は、パウダーによる誤差とゴニオメータによる誤差の和として以下で得られる。

$$D2\alpha_{1\text{pow}} = \pm( | D2\alpha_{1\text{pow.P}} | + | D2\alpha_{1\text{pow.G}} | ) \\ = \pm 0.0322^\circ$$

と算出できる。

これより本装置での鉄鋼材料の応力測定で生じる最大の応力測定誤差  $D_S$  は応力定数  $K$  を  $-318 \text{ (MPa/deg)}$  とすれば

$$D_S = \pm | -318 \times 0.0322 |$$

となる。実際に鉄鋼圧延加工材の残留応力を測定した場合、 $150 \sim 200 \text{ MPa}$  の値となる。従って、実用測定においては、 $150 \sim 200 \text{ MPa}$  が下限測定値と考えられるので最大誤差が  $\pm 10.23 \text{ (MPa)}$  程度なら実用測定において問題はないと考える

### 第 3 章 高温環境下の応力測定システムの構築

本章では高速 X 線応力測定装置と超高温加熱装置を統合した図 11 に示すような高温環境下の応力測定システムについて述べる。

従来の X 線応力測定装置は、粗大結晶を有する材料に対しては一般に同じ位置の結晶を繰り返し測定する揺動法を用いたが、この測定法は時間がかかることが欠点とされている。高速 X 線応力測定装置は回折角  $2\theta$  を正負 2 台の検出器で測定し高速化を図っているが、計測値 2 点から回帰直線を求め応力を算出するので誤差を生じる可能性があった。そこで測定精度の向上を図るために従来

は1箇所の測定のみであったが、新たに近傍の箇所を測定し、4点の平均を用いて応力を算出する方法を考案してソフトウェアを構築した。本システムはVisual Basicにより、図12に示すフローチャートにしたがって各装置が制御される。

3.1 加熱装置および温度計測

加熱装置について、広範囲の加熱面を要する試験にはセラミックス発熱体を用いた加熱炉を構築した。本加熱炉の性能は、上限温度1700℃、常用1500℃、加熱領域は200mm×150mm、昇温時間1000℃/20minである。

急速加熱・冷却試験には高周波誘導加熱装置を用いた。加熱コイルには平板状コイルを試作し材料の板厚方向に磁力線を発生させ誘起電力の損失を改良し、従来、表皮効果の為にカーボン積層複合材料は加熱できなかった問題を、本加熱方式を採用したことで解決させた。図13に誘導加熱の模式図を示す。誘導加熱装置は装置の取り扱いが容易で加熱炉の製作の必要がなく、試験片を空気中むき出しの状態ですべて約1000℃程度まで加熱できる。また有効加熱距離が約50mmと短く応力測定装置に熱的影響をほとんど与えず、約30mm離れた試験片を十分に加熱できる特徴がある。実際に加熱中の応力測定装置の検出器の温度を測定したところ50℃以上には昇温しないことを確認したことで応力測定装置に熱防護板などの取付けは行わなかった。なお、温度測定にはデジタルマルチ温度計を使用し、温度の検出はB型熱電対を用いた。回線はRS232Cで通信接続を行い、コンピュータからの測定信号で一回の計測時間は約20msecであった。図14に700℃までの加熱・冷却過程の温度線図を示す。温度の安定には多少の時間を要したが、15分ほどで設定値に達した。ま

た、電源を切ると試験片は大気中で完全に自然冷却となった。

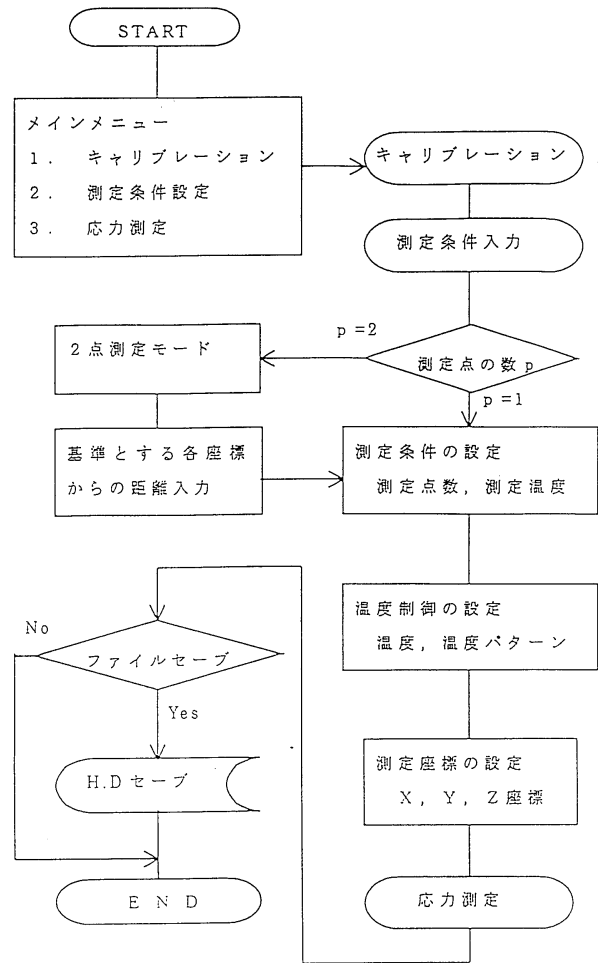


図12 X線応力測定操作フローチャート

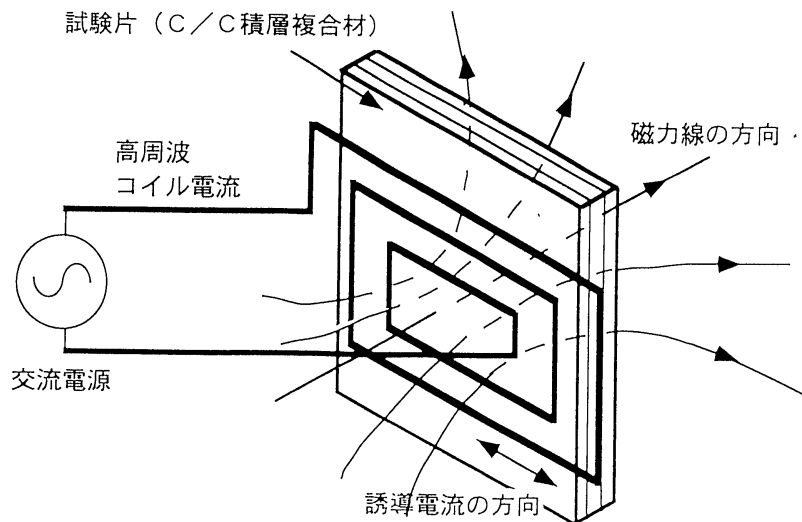


図13 平型誘導加熱コイルの模式図

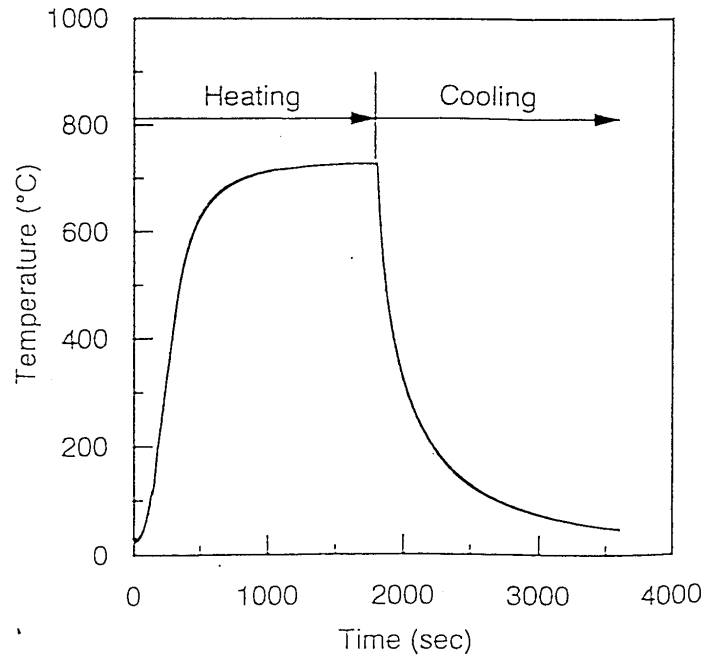


図 14 加熱冷却線図

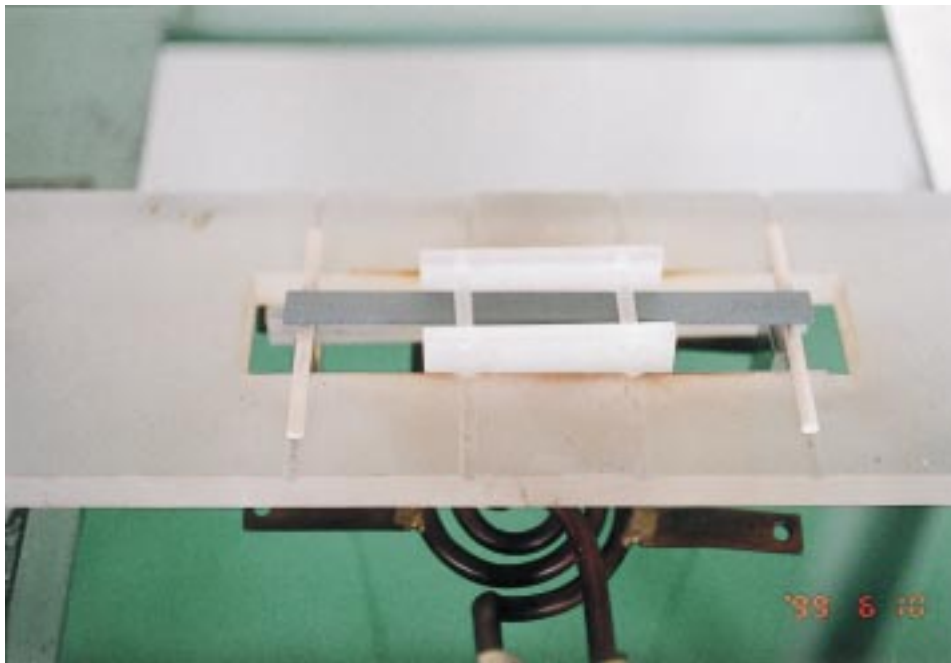


図 15 誘導加熱による四点曲げ試験状況

### 3.2 高温用 4 点曲げ治具

温度変化に伴う応力の測定を行うためには温度をパラメータとした X 線応力定数を測定する必要がある。このため、新たに耐熱温度が約 1300 を有する石英ガラスを用い、高温時にも応力負荷が可能な 4 点曲げ試験治具を製作した。図 15 に誘導加熱による SiC コーティング付と C/C 複合材料の四点曲げ試験の状況を示す。曲げ試験は試料ホルダの端部 2 支点間におもりを吊り下げ、中央 2

支点間の試験片表面に引張応力を負荷した。構成部品すべての素材に SiO<sub>2</sub> ガラスを使用した。SiO<sub>2</sub> ガラスは高温時の伸び量が極めて少ないため負荷応力の誤差はほとんどない。試験片ホルダは試験片表面に引張と圧縮の両方を負荷できる 2 種類の治具を設計し、表面き裂による応力解放が予測される場合にも試験を可能にした。

第 4 章 CVD 製法による SiC 薄板材の X 線応力測定

4.1 X 線の弾性定数の算出法<sup>3)</sup>

X 線応力測定は Bragg の回折条件を満足する多結晶体中の特定方向の結晶粒の特定回折面間隔の変化を測定することでひずみを求め、応力値を算出するものである。そのため、このひずみが機械的に求められる巨視的なひずみとは異なることもある。それゆえ、X 線応力測定には、X 線的に求めた弾性定数が必要である。X 線の弾性定数は負荷応力値が既知であれば、それと X 線的に測定したひずみを関係づけることにより求めることができる。

ここでは、単軸引張り負荷で、ヤング率  $E_{X\text{-ray}}$  とポアソン比  $\nu_{X\text{-ray}}$  を X 線回折的に求める方法を述べる。試験片に既知の単軸応力  $s_A$  を加えると、X 線応力測定法の基礎式 (5) から、 $e_y$  と  $s_A$  の関係は次式で表される。

$$e_f = \frac{1+\nu}{E} s_A \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} s_A \quad (15)$$

式 (15) を  $\sin^2 \psi$  について微分すると次式を得る。

$$\frac{de_f}{d\sin^2 \psi} = \frac{1+\nu}{E} s_A \quad (16)$$

さらに  $s_A$  で微分すると、次式を得る。

$$\frac{dM}{ds_A} = \frac{1+\nu}{E} \cdot \frac{1}{2} S_2 \quad (17)$$

一方、式 (15) で  $\psi = 0$  と置き、ひずみ  $e_y = 0$  を  $s_A$  で微分すると式 (18) が得られる。

$$\frac{de_{f=0}}{ds_A} = -\frac{1}{E} \cdot S_1 \quad (18)$$

そして、(17)、(18) 式を連立すると  $E$  と  $\nu$  は

$$E = \frac{1}{\left(\frac{1}{2} S_2 + S_1\right)} \quad (19)$$

$$\nu = \frac{S_1}{\left(\frac{1}{2} S_2 + S_1\right)} \quad (20)$$

実験では種々の既知の単軸応力  $s_A$  における  $e_y - \sin^2 \psi$  線図の傾き  $M$  と  $\psi$  切片  $e_{y=0}$  を X 線的に求め、図 16 のような  $M - s_A$  線図、 $e_{y=0} - s_A$  線図を描くと各々の線図の傾きが X 線弾性コンプライアンス  $1/2 S_2, S_1$  となる。

4.2 室温での X 線の弾性定数の測定

前述した X 線弾性定数の測定原理に基づき、特性 X 線に Fe - K $\alpha$  線、回折面に (331) 面を用い各応力負荷時の  $2\theta$  を測定した。測定に用いた応力装置は理学電機のストレインフレックス MSF - 2M 型である。 $\sin^2 \psi$  線図における  $\sin^2 \psi$  値の有効範囲は  $0^\circ$  から  $0.7^\circ$  であるので範囲内に均等に  $\psi$  角を 7 点設定した。また結晶粒が比較的大きいことを考慮して  $\psi$  方向に  $\pm 2^\circ$  の揺動を行い、照射面積を  $4 \times 4$  ( $\text{mm}^2$ ) とした。その他の詳細な測定条件を表 2 に示す。

SiC 薄板材の試験片形状は幅 10 mm、長さ 70 mm、厚さ 0.15 mm の薄板である。試験片を図 17 に示す。試験片への負荷は 4 点曲げを採用し、荷重負荷用ホルダおよび 4 点曲げ用ジグは使用した X 線応力測定機にあわせて設計製作した。なお負荷方法は荷重負荷用ホルダの端部 2 支点間に錘をつり下げ、中央 2 支点間の試験片表面に引張応力を負荷した。なお材料力学的に試験片の断面係数

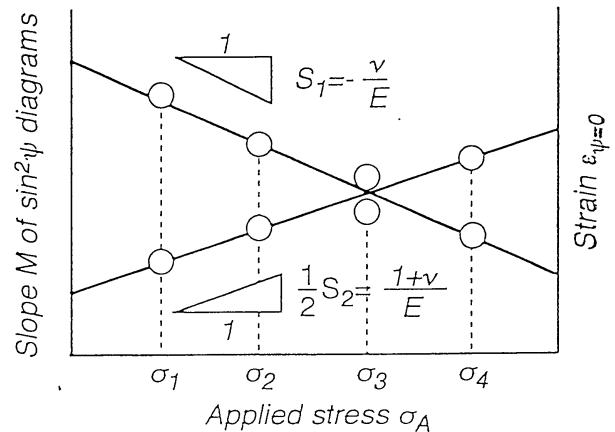


図 16 M - A, M - = 0 線図

表 2 MSF-2M 設定条件

Characteristic X-ray	FeK	Irradiated area ( $\text{mm}^2$ )	$4 \times 4$
Diffraction	331	Scan width (deg.)	$149^\circ \sim 154^\circ$
Diffraction Angle $2\theta_0$	$151.227^\circ$	Scan step (deg.)	
Tube voltage and current	30kV, 9mA	Peak area ( $150.5^\circ \sim 152.5^\circ$ )	$0.05^\circ$
Filter	Mn	other	$0.1^\circ$
Oscillating ( $\psi$ -direction)	$\pm 2^\circ$	Detector	S.C.

と負荷モーメントから求めた応力値を負荷応力とした。



図 17 CVD 法による SiC 薄板試験片

4.3 X 線の弾性定数, X 線応力定数の測定結果

図 18 に各応力負荷時の  $\epsilon_{\psi} - \sin^2\psi$  線図を示す。これらの線図の傾き  $M$  と線図の  $y$  切片  $\epsilon_{\psi=0}$  を各負荷応力に対してプロットしたものが図 19 である。ここで、式 (17) の  $1/2S_2$  は図 19 の  $s - M$  線図の勾配を表しており X 線弾性コンプライアンス  $1/2S_2$  である。また式 (18) の  $S_1$  は  $s_A - \epsilon_{\psi=0}$  線図の勾配を表しており X 線弾性コンプライアンス  $S_1$  となる。そして  $1/2S_2$  と  $S_1$  より X 線回折法で求めた材料のヤング率  $E_{X\text{-ray}}$  および  $\nu_{X\text{-ray}}$  を算出した。

表 3 に X 線回折法で求めた弾性定数と X 線応力定数を示す。

4.4 SiC 薄板材の残留応力測定

単一入射法および  $\sin^2\psi$  法による応力測定の方法を表 4 に示す。通常、単一入射法において、入射角は応力測定の感度上、つまり測定精度が最もよくなる  $45^\circ$  が望まれる。しかし著者らが開発した装置で FeKa 線を用い (331) 回折で  $45^\circ$  入射すると装置の幾何学的関係上回折線が試料

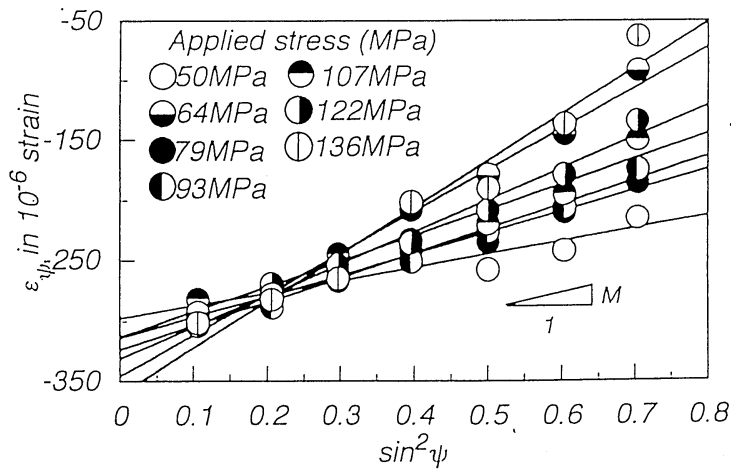


図 18 負荷応力における  $\epsilon_{\psi} - \sin^2\psi$  線図

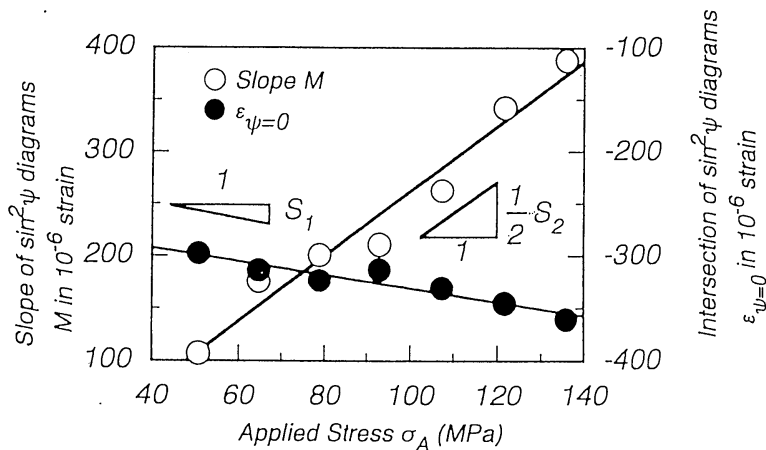


図 19 M -  $\sigma_A$  線図,  $\epsilon_{\psi=0} - \sigma_A$  線図

表 3 X線弾性定数, X線応力定数の測定値

Characteristic X-ray Diffraction	FeK 331	X-ray elastic constants $E_{X\text{-ray}}$ (GPa)	$404 \pm 11$
X-ray compliances ( $\text{MPa}^{-1}$ ) $1/2S_2 \times 10^{-6}$	$3.13 \pm 0.02$	X-ray	$0.26 \pm 0.02$
$S_1 \times 10^{-6}$	$-0.65 \pm 0.02$	X-ray stress constant K (MPa/deg.)	$-716 \pm 8$

表 4 X線応力測定条件

Method	$\sin^2$	SET
Characteristic X-ray	FeK	FeK
Diffraction Plane	331	331
Tube voltage (KV)	30	30
Tube current (mA)	9	6
K Filter	Mn	Mn
Detector	S.C.	PSPC
Oscillation (deg.)	2	none
angle (deg.)	19, 27, 33, 39, 45, 51, 57	20.65, 49.35

および試料台に干渉し得られない。本実験では入射角を  $35^\circ$  に設定した。また、 $\sin^2\psi$  法では X 線照射面積を  $4 \times 4$  ( $\text{mm}^2$ ) とし  $\psi$  方向に  $\pm 2^\circ$  揺動を行い、単一入射法では X 線照射面積を  $\phi 3$  ( $\text{mm}$ ) とした。また試験片は CVD 法による SiC 薄板材 (厚さ  $150 \mu\text{m}$ ) を用いた。

4.5 測定結果

図 20 に単一入射法による応力測定時の回折強度曲線を、図 21 に  $\sin^2\psi$  法と SET 法による  $2\theta - \sin^2\psi$  線図を示す。図 20 を見ると  $-h$  および  $+h$  側の両回折強度曲線とも S/N 比が非常に良好なことが確認できる。これは X 線応力測定を行う際にピーク位置を半価幅法にて決定して

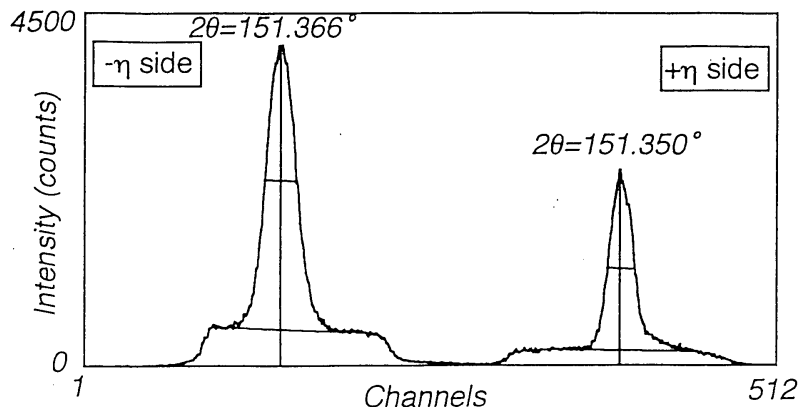


図 20 残留応力測定時の回折強度曲線

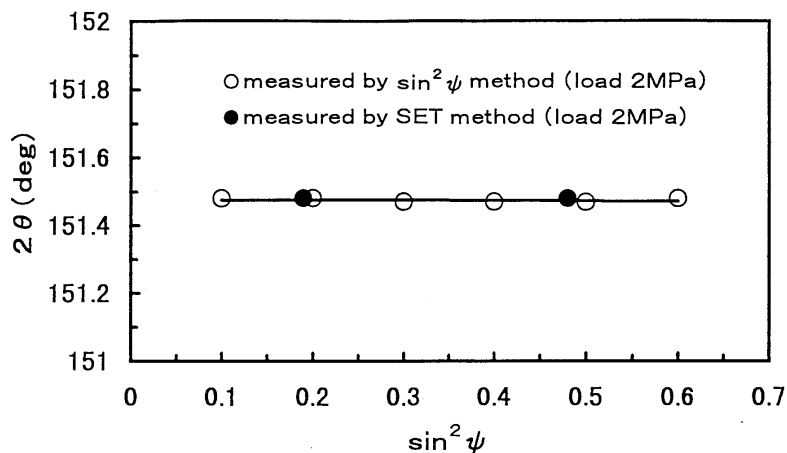


図 21 両測定法による SiC<sup>2</sup> 線図の比較



いるが、S/N比が良好だと、このピーク決定の精度が上がり、精度のよい応力測定が可能である。従って本試験片の応力測定も高精度で行えることが確認できる。また、図 21 に示すとおり両測定法による  $\sin^2\psi$  線図においても同一の値を得た。以上の結果、単一入射法を基本にした応力測定装置は  $\sin^2\psi$  法を基本とした装置と同等の精度でかつ高速な応力測定が可能であることが確認された。

4.6 高温での SiC 薄板材の X 線応力定数測定

4.6.1 粉末を用いた無ひずみ状態回折角の測定

X 線応力定数の測定には応力定数算出式に示すように無ひずみ状態回折角  $2\theta_0$  値が必要である。更に今回の場合は各温度での正確な無ひずみ状態回折角が必要とされている。そこで各温度での無ひずみ状態回折角の測定を行った。

SiC 粉末は誘導加熱によって電磁誘導されないため黒鉛基材をまず加熱し、間接的に SiC 粉末を加熱した。SiC 測定には製作した単一入射法装置を用い、SiC 粉末は PSPC キャリブレーション(角度・チャンネル校正)に用いたものを使用した。結果の一例を図 22 に示す。無ひずみ状態回折角は単一入射法では  $-h, +h$  側で同値をとるため  $-h, +h$  側の両方において 3 回行い、合計 6 回分の平均を一次回帰した。X 線応力定数算出では(式 21)を温度に対する無ひずみ状態回折角として使用した。

$$2\theta = -1.52 \cdot 10^{-3}T + 151.334 \quad (\text{deg}) \quad (21)$$

4.6.2 高温 X 線応力定数<sup>4)5)</sup>の算出結果

通常の X 線応力定数の算出は任意の負荷応力を試験片に与え、そのときのひずみを X 線で測定した回折角  $2\theta$  から求められる。しかし今回のような冷却中の測定の場合、温度が一様に変化している途中で負荷応力を変更することは不可能である。前項の粉末の回折角  $2\theta_0$  の変化を見ると温度変化に対して一次的に変化していることがわかる。そこで今回の X 線応力定数算出は、まず各負荷応力での冷却中のひずみ測定を行い、それぞれの線図を一次回帰して任意の温度でのひずみから分配 M を求め、M と負荷応力から  $1/2S_2$  を求めた。そして得られた各温度での  $1/2S_2$  と前項で示した無ひずみ状態回折角から応力定数を算出した。

高温環境下の X 線応力定数の算出は、負荷応力 0, 16, 30, 44, 59 MPa の 5 種類を試験片に 4 点曲げ負荷し、冷却過程での温度と  $2\theta$  の関係を求めた。図 23 と図 24 に結果の例を示す。これらの線図を一次回帰し、そして温度と  $2\theta$  (ひずみ) の線図の勾配 M を算出する。次に X 線応力定数の算出式(10)を用いて X 線応力定数を求めた。図 25 に X 線応力定数 K の変化を示した。

なお、X 線応力定数は得られた結果を次式の関数で表し、

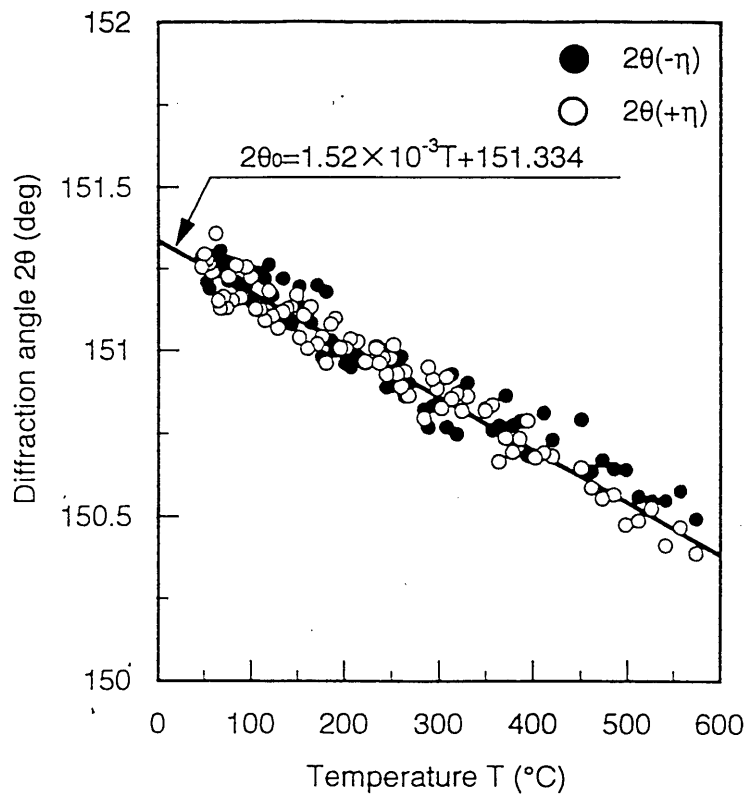


図 22 温度変化に伴う  $2\theta_0$  の変化

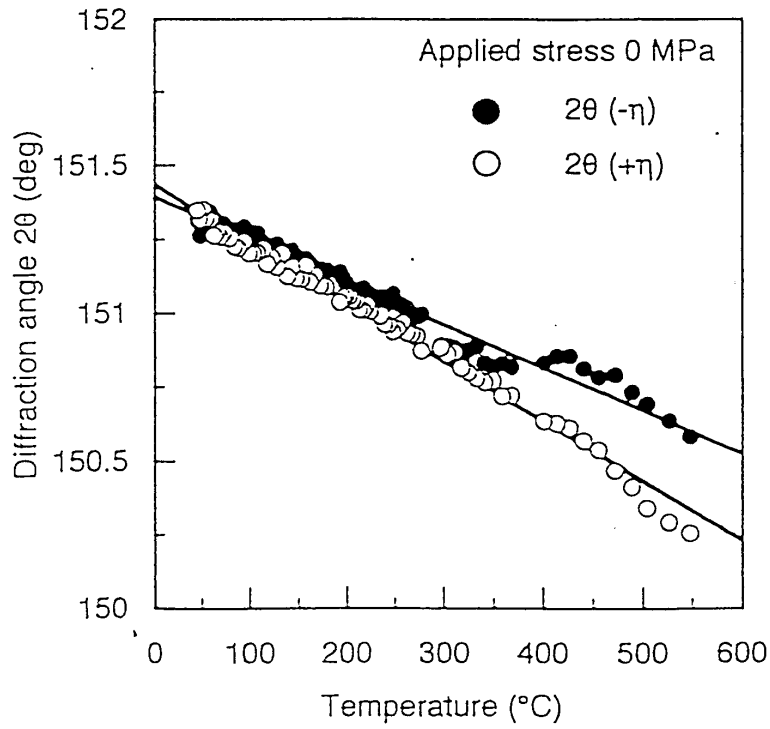


図 23 温度と回折角  $2\theta$  の関係 (0MPa)

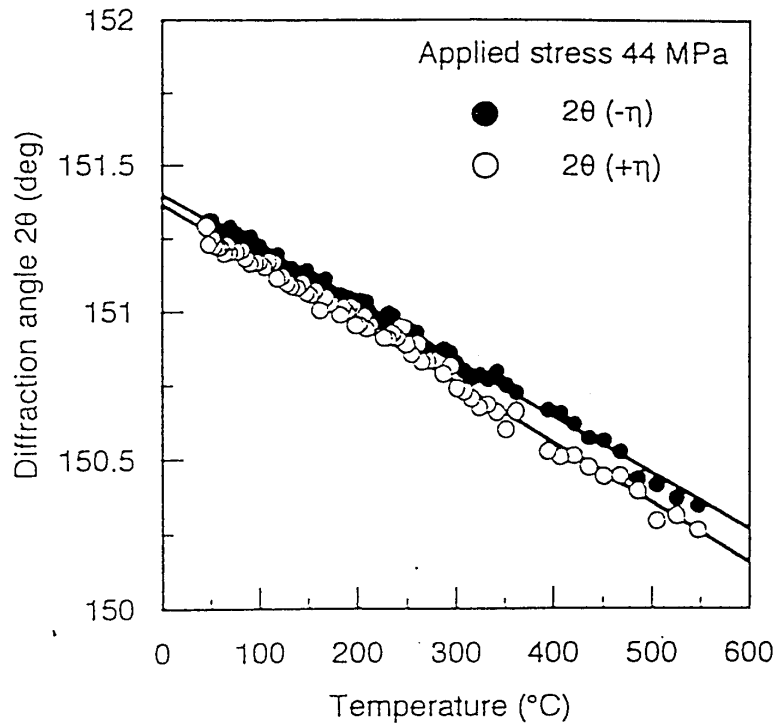


図 24 温度と回折角  $2\theta$  の関係 (44MPa)

$$K(T) = -250 \cdot \exp(-1.19 \cdot 10^{-3}T) \text{ (MPa/deg)} \quad (22)$$

はこの値を使用した。

測定温度を代入することにより任意の温度での X 線応力定数を算出した。以降の温度変化中の X 線応力測定に

### 第 5 章 冷却過程時の X 線応力測定

本章では開発した X 線応力測定システムを用いて 700

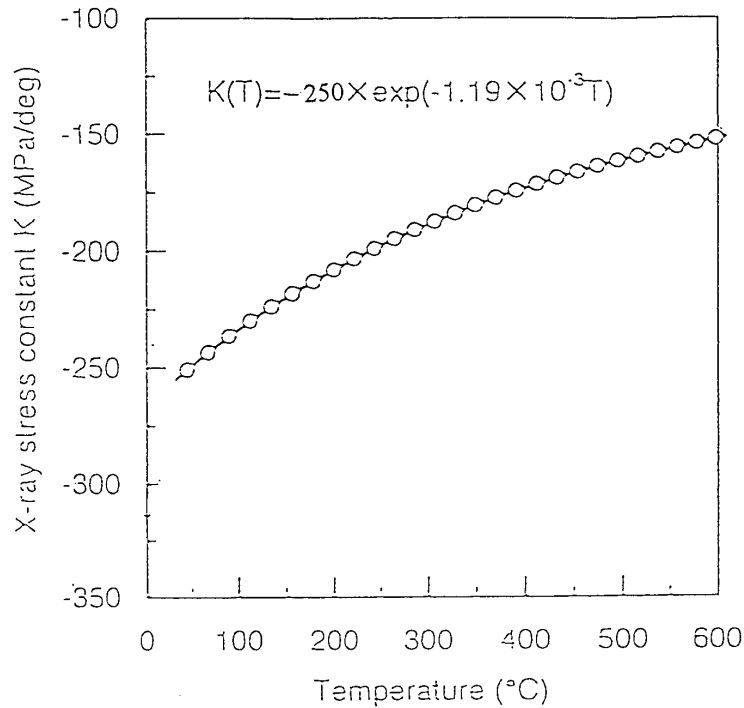


図 25 温度と K の関係

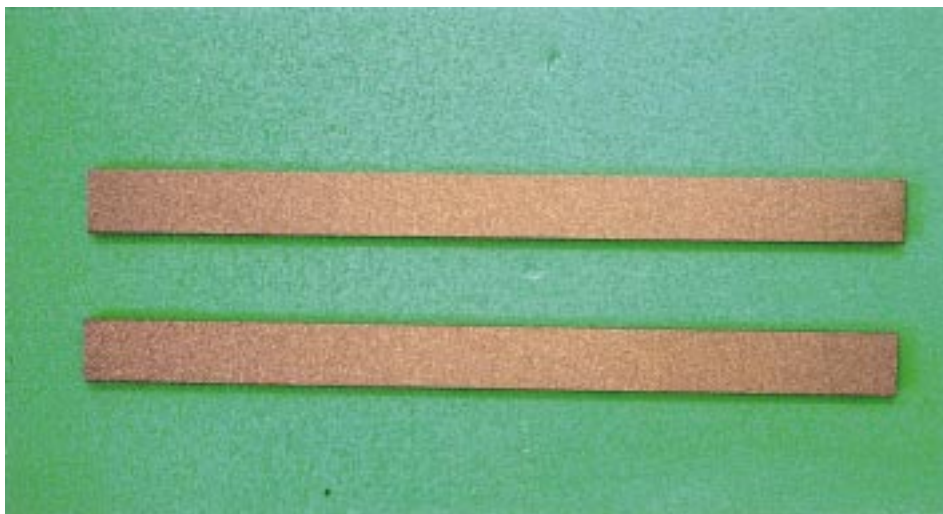


図 26 SiC コーティング付カーボン焼結材

から室温までの自然冷却時と強制冷却時の SiC 膜に生じる応力を測定した。次に試験片の蒸着膜のき裂発生<sup>6)</sup>を確認するために破壊限界の応力を試験片に負荷し、き裂発生と測定応力との関係について考察した。供試材は黒鉛基材に SiC を CVD 蒸着<sup>7)</sup>した複合材を使用した。図 26 に試料形状を示す。

### 5.1 急冷却時の X 線応力測定

ここでは、高速 X 線応力測定装置の精度と測定速度について検討するために自然冷却時と強制冷却時の蒸着膜

に発生する応力の測定を行った。

自然冷却時には試験片を約 600 まで加熱後、大気中に放置し応力測定を行った。強制冷却時には試験片を約 700 まで加熱後に応力測定開始と同時に試験片を強制空冷し測定を行った。図 27 に強制冷却と自然冷却時の冷却線図を示す。その結果、50 以下になるまでの時間は自然冷却で約 25 分、急冷却で約 2 分かかった。応力測定は強制冷却時には 4 秒毎に、自然冷却時には冷却の急な部分では 4 秒毎に緩やかな部分では 5 秒毎に応力測定を行った。測定条件は先に行った X 線応力定数の取得試験での

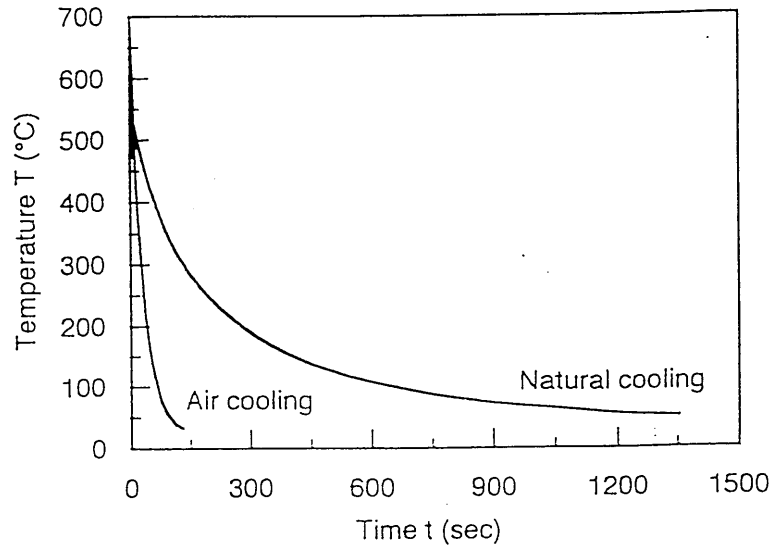


図 27 冷却線図

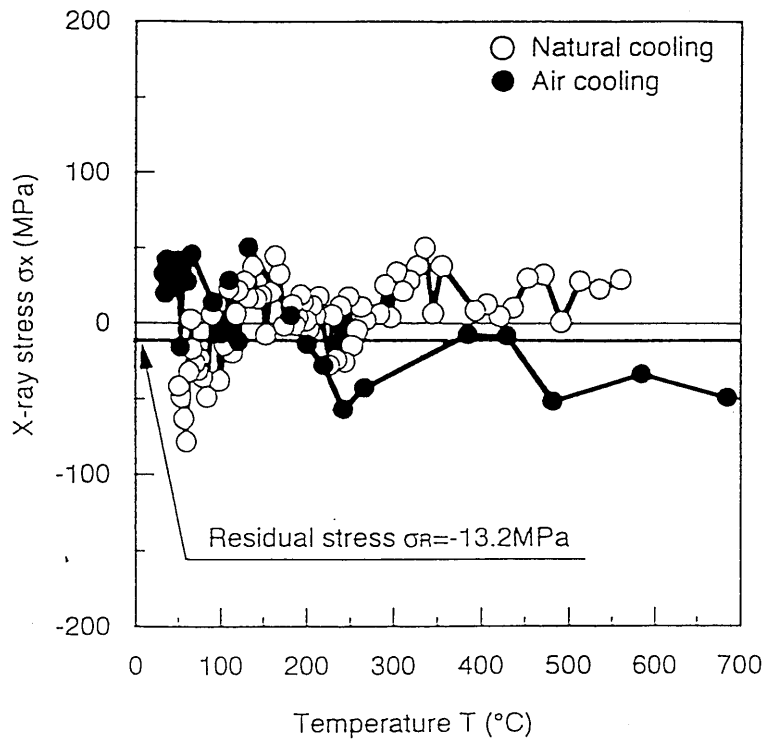


図 28 強制冷却および自然冷却時の応力測定値

条件と同じである。図28に測定した温度に対する応力変化の様子を示す。X線応力定数は第4章で算出した温度との関数から求めた値を使用した。測定精度は強制冷却時と自然冷却時ではさほど差はなく50 MPa程度の変動範囲内で測定することができた。しかし200 以下に冷却した時点では応力値に差を生じた。自然冷却時<sup>9)</sup>の応力は冷却に伴い初期のSiC膜の圧縮残留応力値に近い状態となった。一方、強制冷却時の応力は冷却に伴って引張応

力状態に変化した。

なお、温度の上昇に伴って蒸着膜に生じる熱応力は線膨張係数  $a$  を用いて次式で表せる。

$$s_f = E_f \alpha a \Delta T \quad (23)$$

ここで  $s_f$  : 膜に生じる応力

$E_f$  : 膜の縦弾性係数

$$Da : a_s - a_f \quad (23 - 1)$$

$a_s$  : 基材の線膨張係数

$a_f$  : 基材の線膨張係数

$$dT = (T - T_R) + (T_s - T_f) \quad (23 - 2)$$

$T$  : 測定温度,  $T_R$  : 室温,

$T_s$  : 基材温度,  $T_f$  : 膜温度

自然冷却時には基材と蒸着膜の温度差, すなわち  $T_s - T_f$  がほぼ 0 となり基材と蒸着膜の線膨張係数の差による熱応力のみが膜表面に発生したものと考えられる。

一方, 強制冷却においては加熱直後は膜温度  $T_f$  と基材温度  $T_s$  がほぼ等しいが, 冷却に伴い膜温度と基材温度に差が生じ, 図 28 に示すように蒸着膜は温度が下がって収縮するが基材は高温のまま膨張した状態を保ち, その結果蒸着膜に引張応力が発生したと判断できる。つまり強制冷却時に蒸着膜に発生する熱応力は, 線膨張係数の差による熱応力と基材と膜の温度差による熱応力の和になると考えられる。

ちなみに強制冷却実験後, 試験片を室温に十分に放置した後に残留応力を測定したところ, その値は初期残留応力とほとんど差はなかった。本実験では冷却時の温度測定は膜の温度のみを測定しており基材の温度を測定していないため, 実際に膜と基材の温度差やそれによる熱応力の算出値と実測値の比較を行うことができなかった。したがって今後は基材温度の測定も応力測定と同期させ

て行う必要があると考えている。

これらのことから膜の損傷評価あるいは製膜条件の決定のためには, 本研究で提案したような加熱冷却中における膜の応力評価が必要である。なお開発した X 線応力測定装置は 2 秒程度の極めて短時間で測定が可能なので強制冷却の過程においても十分に応力を評価をできることが確認できた。

### 5. 2 冷却過程での破損評価

セラミックス材料の場合, 降伏点が存在せず応力の変動が顕著に見られないうちに突然破壊するので, き裂および損傷発見は非常に困難である。そこで本項では負荷応力を試験片に与え, 自然冷却時の破壊までの X 線応力測定を試みた。図 29 に破壊までの冷却温度線図を示す。また, 図 30 に破壊までの応力測定結果を示す。複数の試験片を測定した結果, 60 MPa の応力が負荷されるとすべての試験片は約 300 前後で破壊した。試験片の常温での残留応力は約 -13.2 MPa で実際に試験片に発生している応力は 46.8 MPa であり, 試験片の曲げ強度は約 45 MPa を得た。常温で試験片が破壊したのではなく, 冷却時に発生した熱応力によって破壊したと考えられる。

## 第 6 章 高温・多点応力測定の精度の検証

X 線応力測定システムを運用するにさいして, 応力測定装置と加熱装置など各装置を統合し, さらに的確な制御とデータ収集を行うソフトウェアを構築して, コンピュータによる全自動計測を可能にした。

本章では, 高温応力測定システムの測定精度を検証するために実施した。試験とその結果について述べる。

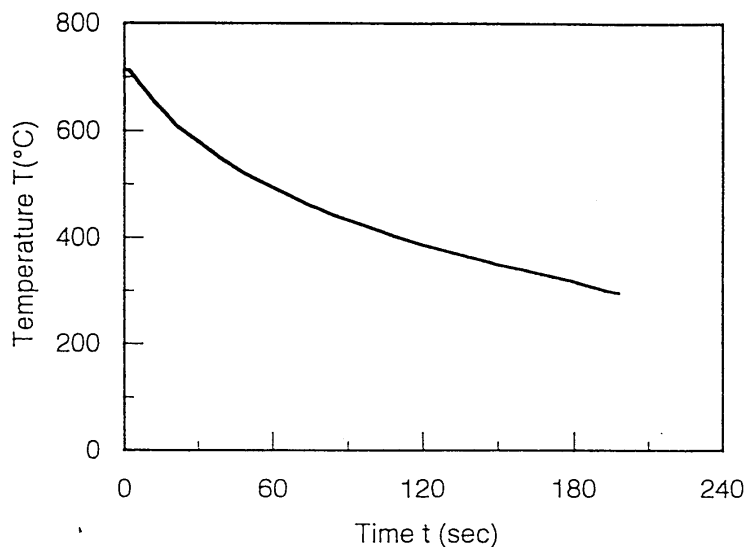


図 29 破壊までの冷却線図

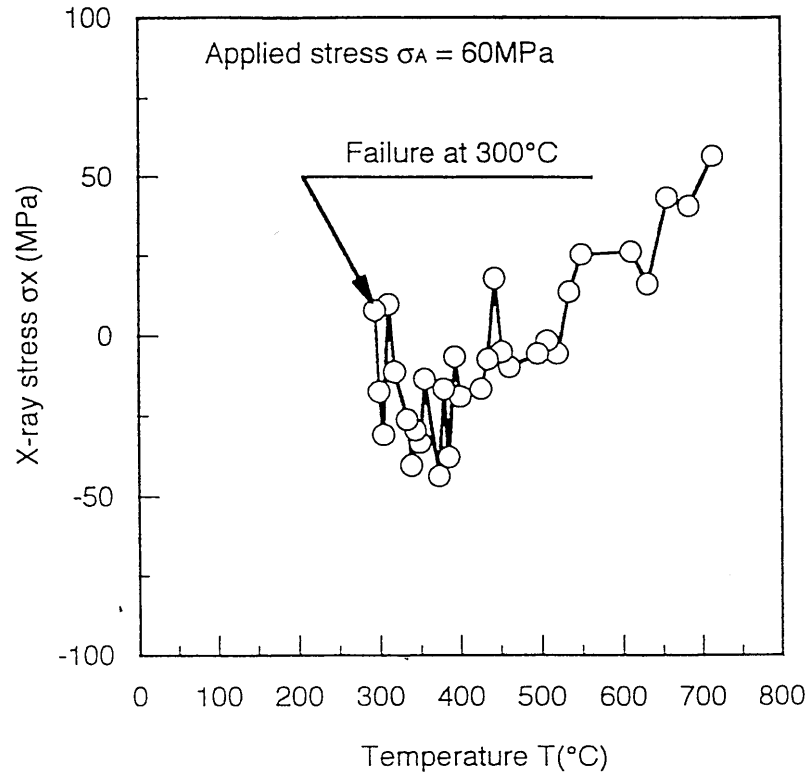


図 30 破壊までの応力 温度線図

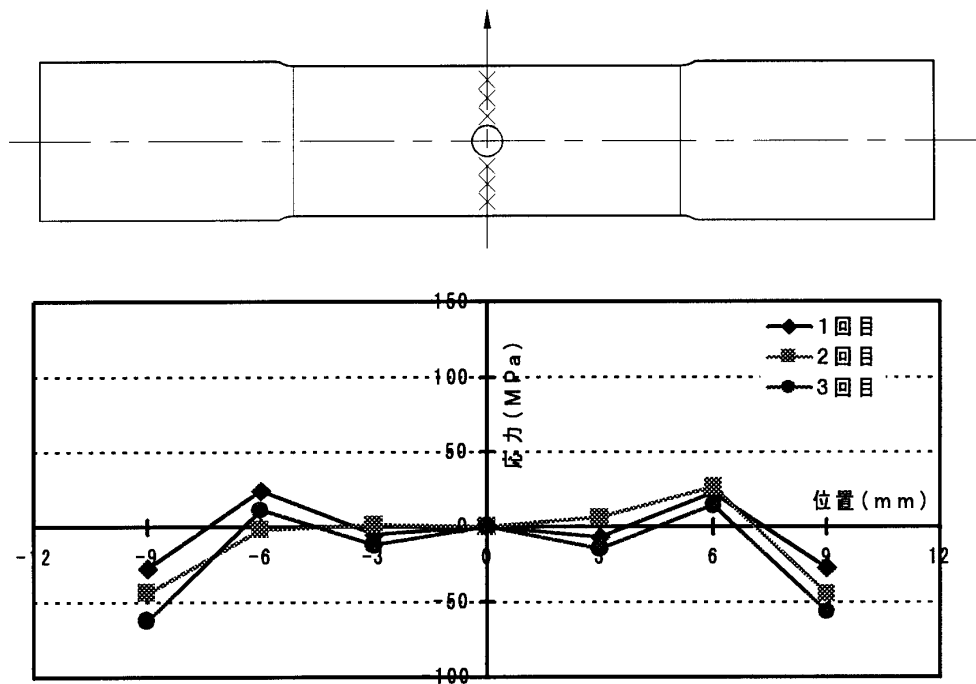


図 31 Al 合金有孔板試験片による再現性試験結果

### 6.1 再現性の検討

測定精度の検証のために、航空機用アルミニウム合金 (2024 - T4) 材製の有孔板試験片を用い、弾性域内の引張試験を行った。除荷後の試料について、複数ヶ所の残

留応力を繰り返し測定し、再現性について検討した。

図31に円孔部近傍の6ヶ所を3回繰り返し測定した結果を示す。測定結果は円孔の中心に関して若干、左右の対称性を欠いた測定値が得られた。

この原因は、試験片を試験機に装着する際に取り付けが悪く、引張りねじり負荷が加えられた影響ではないかと考えている。測定の再現性に関しては良好な結果が得られた。

なお、X 線応力測定装置の最適測定条件は表 5 に示したとおりであるが、測定速度を重要視するか、精度を重要視するかは X 線照射時の X 線管の電圧、電流によって左右される。測定精度を重要視する場合には、本装置の限界出力より若干弱めに電流、電圧を設定することがよい。また、測定時間を僅かでも短縮したいときには、限界出力値に設定する。このように適用条件によって出力

の選択を必要とする。

### 6.2 加熱時の多点応力測定

ここでは加熱装置、応力測定装置など各装置を統合した測定システムをコンピュータ制御で稼働させて、SiC コーティング付与 C/C 複合材料を供試材にして加熱時の多点応力測定を行い、測定精度の検証を行った。

供試材は SiC コーティング付与 C/C 複合材料である。なお、SiC コーティング<sup>10)</sup>は CVD 法によって膜厚 50 nm を被覆したものである。

C/C 複合材料は基材<sup>11)</sup>に PAN 系の高強度繊維、マトリックスはフェノール樹脂を使い成形加工した後、1600 の焼成温度で炭化処理した、板厚 3 mm のものである。

表 5 高速 X 線応力測定の測定条件

測定材料	Al合金 (2024-T4)
X線光学系	平行ビーム法
測定法	単一入射法
ピークサーチ法	単価幅中点法 (Center of FWHM)
X線管球	Cr - K
K X線除去フィルタ	Mn
管電圧	10kV
感電流	6 mA
X線入射角	45° (固定)
回折角 2	156.7°
応力定数	- 94MPa/deg

#### 6.2.1 試験方法

本実験では、X 線応力測定装置のキャリブレーションは負荷前の試験片を用いた。高温下の試験は図 32 に示した試験片に測定点を定め、3 回繰り返し測定した。データは室温、300、500、600 について取得した。試験温度は昇温時間 15 分、保時間 4 分とした。

X 線応力測定条件を表 6 に、試験状況を図 33 に示した。また、室温から 600 の各温度で加熱時の応力を測定した結果を図 34 に示す。図 35 には 600 一定の温度で再現性を重点に測定した結果を示した。

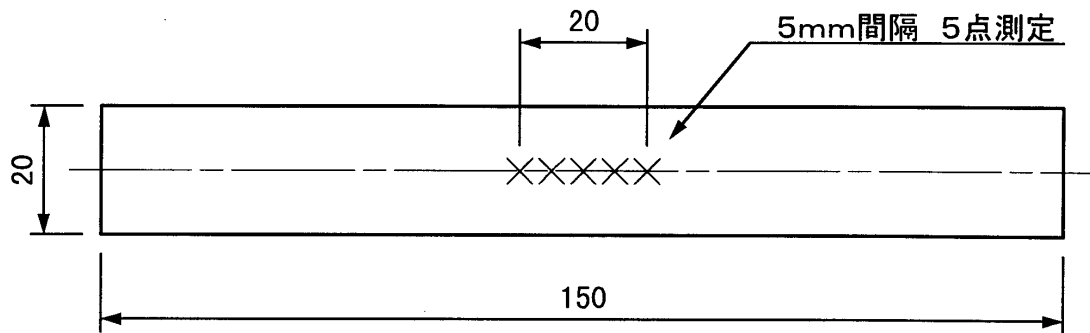


図 32 SiC コーティング付カーボン複合材料試験片

表 6 高速 X 線応力測定の実験条件

測定材料	- SiC
X線光学系	平行ビーム法
測定法	単一入射法
ピークサーチ法	単価幅中点法 (Center of FWHM)
X線管球	Fe - K
K X線除去フィルタ	V
管電圧	10kV
感電流	6 mA
X線入射角	45° (固定)
回折角 2	151.3°
応力定数	- 317MPa/deg

6.2.2 結果の検討

加熱負荷時の応力の測定には応力測定装置をはじめ各装置をコンピュータ制御し、全自動計測で行った。試験の結果を検討してみると、コーティング層の応力値は高温になるに伴って圧縮応力が増加することが確認された。なお測定値の再現性については良い結果が得られたが、測定箇所によっては若干のバラツキを示した。この原因は供試材が繊維強化型の複合材料であるために材料の不均質性に起因したものと考える。

本試験において、これまで不可能とされた、熱負荷時における任意点の応力値が高い精度で測定できたので、今後は温度を考慮した応力定数を使用して実用測定を行

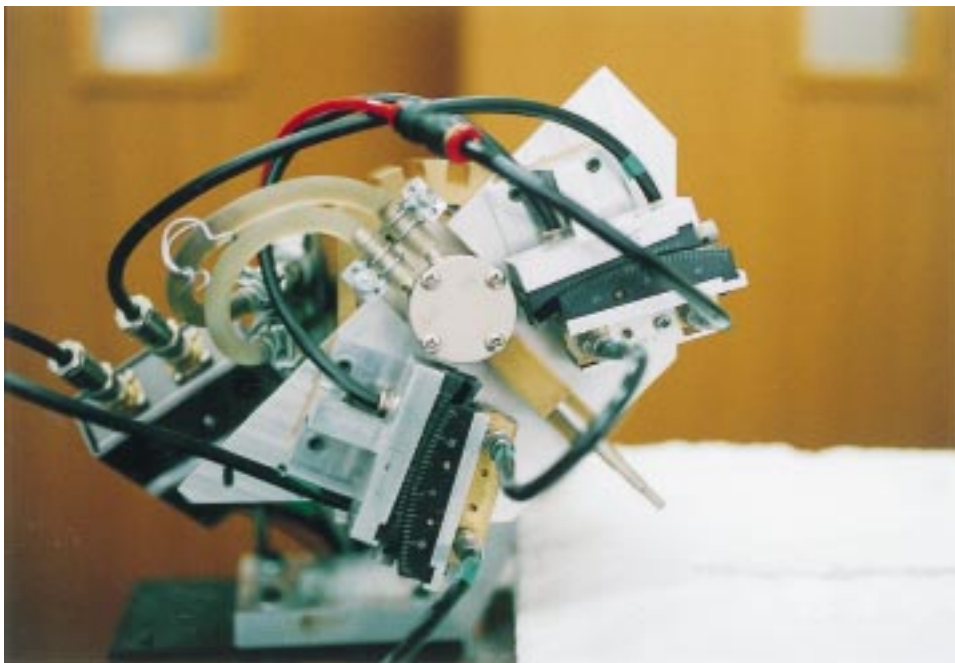


図 33 加熱環境下の応力測定状況

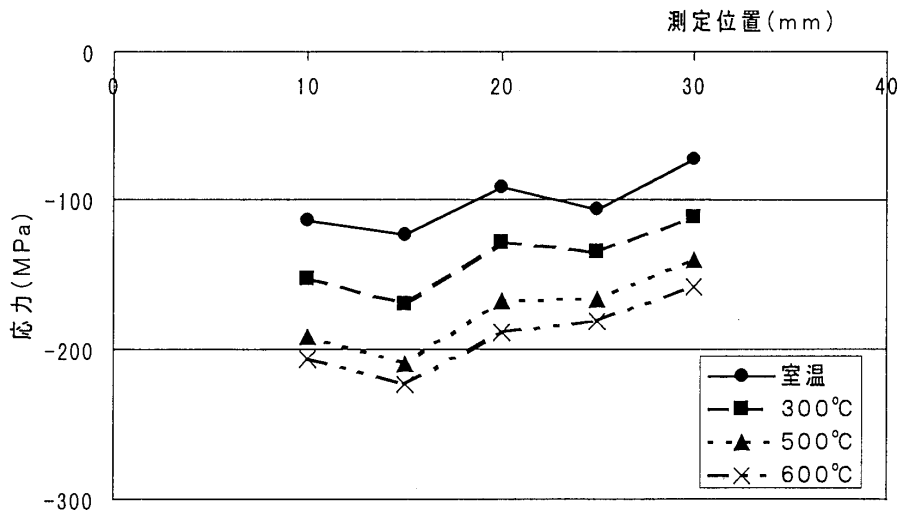


図 34 各温度下の応力測定結果 (SiC コーティング付と C/C 複合材料)



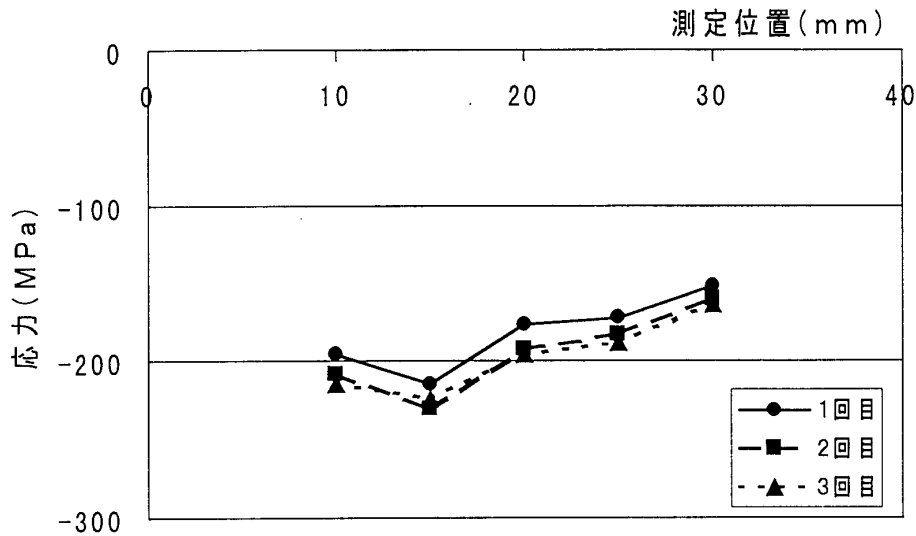


図 35 600 温度下の応力測定結果 (SiC コーティング付 C/C 複合材料)

う所存である。

### 第 7 章 結論

本研究では、宇宙往還機の熱防護構造材料の強度評価を行うために、X 線応力測定装置の高速化に着目し単一入射法を基本とした高速 X 線応力測定装置を開発した。同時に応力測定装置と加熱装置等を統合した高温応力測定システムを構築した。本システムを用いて、自然冷却時と強制冷却時の実時間応力測定、あるいは加熱時の多点測定による再現性の検討が行われ、評価システムの有効性が実証された。

以下に装置の開発事項、測定により得られた結果を記述する。

- 1) 単一入射法を基本とする X 線応力測定装置の検出器に小型のゴニオメータを取り付け測定角度範囲を広げることで、これまで測定が困難であったセラミックス材料等に対しても測定が可能になった。また、PSPC は直接角度を検出することができないため、これまでは回折角が既知な 2 つの粉末材料を用いて角度とチャンネルの校正を行ったが、ゴニオメータの使用によって、基準となる無ひずみの粉末は一種類で良く校正の煩雑が解消された。
- 2) 構築した X 線応力測定装置は一つの X 線入射角に対する回折環において角度の異なる二つの回折線を二台の検出器で測定し高速化を図っているが計測値 2 点から回帰直線を求めているので誤差を生じる可能性があった。測定精度の向上を図るために検出器に駆動ステージを採用し、1 箇所測定を 2 箇所測定にし計 4 点にて回帰直線を求めることで、結晶状態の悪い試料においても再現性のある測定を可能にした。

- 3) 加熱、冷却時の過渡的な応力変動の測定例として、SiC 蒸着膜の自然冷却時と強制冷却時の応力測定を行い基材と膜の線膨張係数の差異によって生じる熱応力を解析した。なお、強制冷却においては膜と基材との間に温度差が生じ引張の応力値が得られた。本研究で取得された応力測定評価技術は蒸着膜の熱負荷時の性能評価や製膜条件の決定に貴重な指針を与えるものと期待される。

### 謝 辞

本研究を行うにあたり、法政大学工学部長谷川賢一教授には信号処理装置を構築するうえで貴重な助言と教示を賜りました。また、実験の遂行にあたっては、武蔵工業大学大学院生の永田好伸氏にはご助力を頂いた。ここに厚く感謝の意を表します。

### 参考文献

- 1) 大谷真一他三名, 材料 Vol.40, No 454, pp. 825-831 (1991)
- 2) 大谷真一他二名, 第 28 回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, pp. 5 - 10 (1992)
- 3) 日本材料学会編・改著 X 線応力測定法, pp.129 - 136 (1990) 養賢堂
- 4) A.M. Huntz and F. Sibieude; An Advanced Technique for High Temperature X-Ray Elastic Constant Measurement and Stress Determination, Zeitschrift fur Metallkunde, Vol.84, No.2, pp.140-146 (1993)
- 5) O. N. Grigor'ev and G. S. Krivoshei; Determination of Thermal Stresses in Multi-phase Ceramic Materials, Ind.Lab., Vol.58, No. 10, (1993), pp936-939

- 6) 齊藤正弘,他二名,高温X線装置による遮熱コーティング部材の損傷評価,第33回X線材料強度に関する討論会講演論文集(1996)pp61 - 66,日本材料学会.
- 7) 関川貴洋,他三名,C/C複合材料への高温耐酸化コーティング,第8回超耐環境性先進材料シンポジウム, pp307 - 316,(1997)
- 8) 山田常雄,他二名,傾斜組成制御したSiC/(C/C)積層体における残留熱応力の有限要素解析,材料 Vol 40, pp63 - 68,(1991),日本材料学会
- 9) 日下一也,他三名,Al薄膜の残留応力及びその場熱応力測定,第33回X線材料強度に関する討論会講演論文集,(1997)日本材料学会
- 10) 山内宏,他二名,高性能C/C複合材料への耐酸化コーティング技術の開発,第8回超耐環境性先進材料シンポジウム講演集, pp283 - 296,(1997)
- 11) Yu. I. Dimitrienko; Thermomechanics of Composites under High Temperatures,(1999),Kluwer Academic publishers

---

## 航空宇宙技術研究所報告 1400号

平成12年1月発行

発行所 科学技術庁航空宇宙技術研究所  
東京都調布市深大寺東町7丁目44番地1  
電話(0422)40-3075 ㊦182-8522  
印刷所 株式会社 東京プレス  
東京都板橋区桜川2-27-12

---

禁無断複写転載

本書(誌)からの複写,転載を希望される場合は,研究支援課資料係にご連絡ください。

Printed in Japan