



Title	ヤング率・内部摩擦自動測定システム
Author(s)	松下, 健一
Citation	大阪大学低温センターだより. 1986, 55, p. 14-17
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/9051
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

ヤング率・内部摩擦自動測定システム

産業科学研究所 松下健一(吹田 3531)

はじめに

材料開発をする人にとって材料の強さを知ることは非常に重要なことであり、材料の強さに関する用語も数多くあります。例えば、降伏強さ、曲げ強さ、硬さ、弾性率等々……。弾性性質を示す1つとしてのヤング率は基本的な物性値の1つです。ヤング率の測定は工学的に重要であるばかりか、物質の相変態機構や内部構造を解明する手段としても有効であることが知られています。

一方、内部摩擦は振動している物体が1サイクル当たりに失なう振動エネルギーの割合として、定義されています。言い換えると、材料の内部摩擦が小さいということは鐘とか音叉のように余韻が長く音の減衰が少ないことを意味し、反対に内部摩擦が大きいということは振動の減衰が大きいことを意味しています。材料の振動の減衰の速さを詳しく調べることで、材料内の点欠陥、線欠陥や面欠陥等の固体内欠陥を検出することができます。複合材料のマトリックスと強化材との界面に関する情報を得ることができます。また相変態に伴って様々な内部摩擦挙動が観察され、内部摩擦から相変態機構を解明することもできます。

本文では、上述のヤング率及び内部摩擦の計測システムの概要とジルコニアセラミックスについての結果を説明します。

計測システム

本装置のブロック図を図1に、その性能を表1に示します。ヤング率を求める方法は、

- (1) 応力-歪曲線の傾きから求める方法
- (2) 音波の伝播速度から求める方法(超音波法)
- (3) 試片の固有振動数から求める方法

があり、本装置は(3)の方法を採用しています。

表1 ヤング率・内部摩擦自動測定システムの性能

測定温度範囲	-180°C~1300°C
測定周波数	100Hz~20000Hz
内部摩擦	$5 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-2}$
ヤング率精度	絶対精度 ±3 GPa 相対精度 ±0.01 GPa
内部摩擦精度	±5%
雰囲気	N ₂ , Ar, 空気等
試料サイズ	2×1×25~10×4×100(mm)

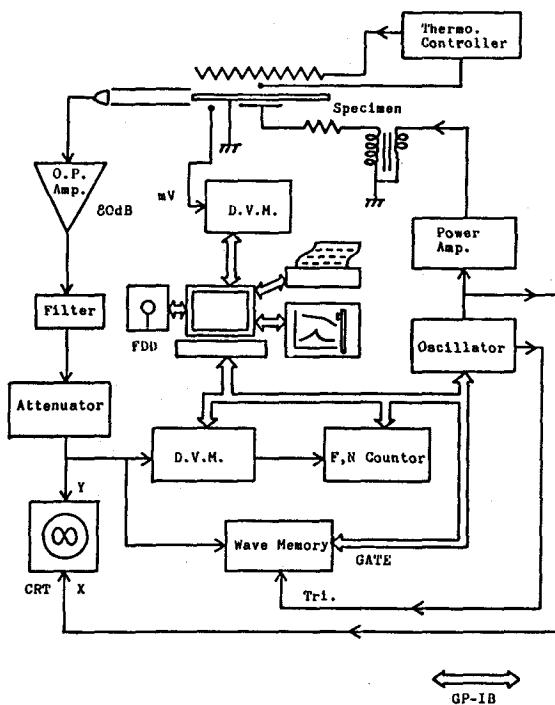


図1. 表記測定システムのブロック図

図2に示すように試片は振動の節点で支持され、その直下に励振用電極が置かれ、試片と電極間に、300~500 Vの交番電圧が印加されその静電気力で試片が振動します。振動は高感度マイクロホンにて検出され、フィルターアンプ等を経て、CRT上に映し出されます。試片の共振周波数はオシレータの周波数を変化させながら振動振幅を計測し、その値が最大になった時の周波数として容易に求めることができます。ヤング率は共振周波数を f_0 として次式にて表されます。

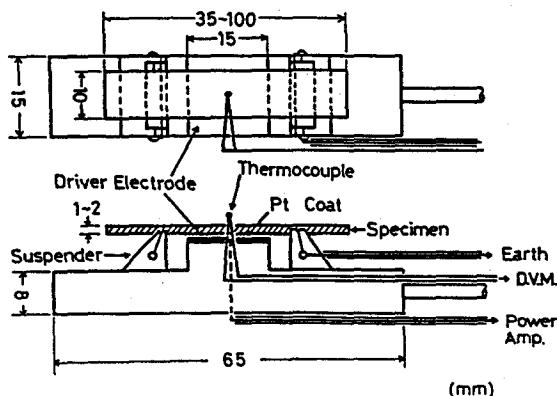


図2. 試料台図。試片はW, Mo線等で吊られる。台はアルミナでNb電極を接合して加振電極とした。

$$\text{ヤング率 } (E) = 0.9468 \cdot l^3 \cdot g \cdot f_0^2 / t^3 \cdot w \quad (\text{Pa}) \cdots \cdots (1)$$

l は試片の長さ (m)、 g は重さ (g)、 t は厚さ (m)、 w は幅 (m)。

この方法の長所は超音波法のように発振子と試料間に接着剤を用いなくても良いこと、ヤング率の誤差が小さいこと、比較的容易に低温から高温まで測定できること、試片が比較的小さくて済むこと等であります。短所は内部摩擦が大きすぎると、測定が困難となり、誤差が大きくなることが挙げられます。

内部摩擦は図 3 に示すような振動の減衰波形をウェーブメモリに入力し、振動振幅の減衰率から計算されます。本装置は温度の読み込み、共振点を合わせること、励振電圧 OFF、減衰波形の読み込み、演算、プロッタへの出力までコンピュータで完全自動制御されています。最も重要な部分は図 2 に示した試料台で、-180°C～1300°C までの測定に耐えられるようにその構成材料はほとんどがセラミックスから成っています。電気伝導を必要とする部分は高融点金属 (Nb、Mo、W 等) で作られています。このシステム全体の構想から完成までに約 1 年間かかりました。

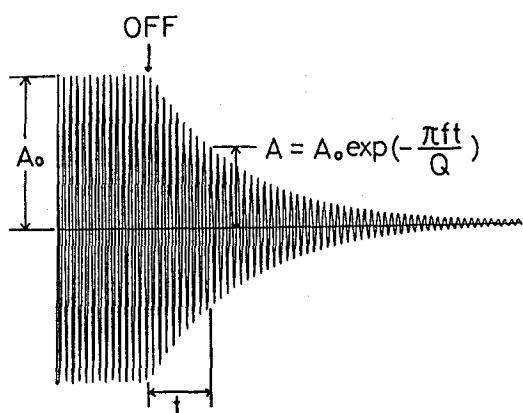


図 3. 自由減衰波形。振動は式に従って減衰する。
 A : 振幅 A_0 : 初期振幅 f : 周波数
 t : 時間 Q^{-1} : 内部摩擦

ジルコニアセラミックスの内部摩擦とヤング率

Y_2O_3 、 CeO_2 で部分安定化あるいは安定化されたジルコニアのヤング率と内部摩擦の温度依存性を図 4 に示します。 ZrO_2 の Zr^{4+} イオンの代りに 3 値あるいは 2 値のイオンが入ると、酸素イオン空孔が形成され、イオン伝導性を示します。200 °C 付近に現れる内部摩擦のピーク高さは表 2 に示すように、助剤として添加した Y_2O_3 、 La_2O_3 、 Nd_2O_3 の量にはほぼ比例しています。部分安定化ジルコニアは 200°C での長時間焼鈍で斜方晶から単斜晶への変態が進行することが知られています。しかし、本実験条件、加熱・冷却速度 3 K/min ではそのような変態は生じていないことがわかります。

ヤング率は内部摩擦ピーク温度でいわゆる $4E$ 効果を示しています。单一緩和時間も

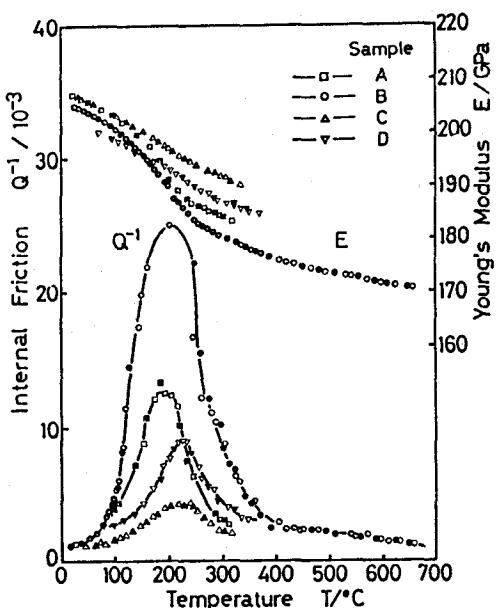


図 4. 試料 A～D のヤング率と内部摩擦の温度変化
 白印 : on Heating 黒印 : on Cooling

表2. 実験に用いたジルコニアセラミックスの組成とその性質

Sample	Composition	Phase ^{*)}	E _{RT} (GPa)	E _{400°C} (GPa)	Q ⁻¹ (x10 ⁻³)	1/2(ΔE/E) (x10 ⁻³)
A	2mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	T	207	180	15	22.5
B	3mol%Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	T+C	205	117	27	28.0
C	8mol%CeO ₂ +2mol% (La ₂ O ₃ ,Nd ₂ O ₃)-ZrO ₂	C	107	188	4.2	6.3
D	12mol%CeO ₂ +3mol% (La ₂ O ₃ ,Nd ₂ O ₃)-ZrO ₂	C	202	184	9.5	10.5

*) T; tetragonal C; cubic
sintering condition; 1500 C for 2h in Air

緩和型の内部摩擦の場合、 $4E/E$ と内部摩擦ピーク (Q_p^{-1}) との間に次式の関係が成立します。

$$Q_p^{-1} = \frac{1}{2} (\Delta E/E)_{\tau \neq 1} \dots \dots \dots \quad (2)$$

得られた結果は表2に示すように(2)式をほぼ満足し、内部摩擦ピークが緩和型のピークであることが判ります。緩和型ピークの場合、振動周波数(ω)と緩和時間(τ)との関係が

で表される時に内部摩擦は最大になります。この緩和時間(τ)は熱活性化過程であり、

で表されます(E ;活性化エネルギー、 R ;気体定数、 T ;温度)。したがって周波数を変化させると内部摩擦ピーク温度が変化し、その変化量から活性化エネルギーを求めることができます。そのようにして得られた結果を表3に示します。これらの値は、拡散法あるいはイオン伝導度から求めた活性化エネルギー-81 kJ/molと良い一致を示します。

以上の結果から、200 °C付近に現れた内部摩擦ピークとヤング率異常はジルコニア中の酸素イオンの拡散に伴う現象であると結論づけられます。

表3. ピークシフト法によって求めた内部摩擦ピークの活性化エネルギー

Sample	Freq.(Hz)	Peak Temp(°C)	Activ.Energy(KJ/mol)	Freq.Factor
A	930	178		
	2610	203		
	5850	225	69.3+2.0	5.9x10 ¹¹
B	1060	190		
	1450	200		
	4200	223	81.2+5.3	9.1x10 ¹²
D	699	224		
	1670	248		
	3360	262	89.6+6.6	1.2x10 ¹³