

弾性率と内部摩擦

測定の実理と実際

Ver.1109 <概略版>

1. はじめに
 - 1-1. 概説
 - 1-2. 日本テクノプラスについて
 - 1-3. 弾性率と内部摩擦概論
2. 弾性率の基礎
 - 2-1. 弾性率とは
 - 2-2. 弾性率測定に於ける条件
 - 2-3. 弾性定数とは
3. 内部摩擦の基礎
 - 3-1. 内部摩擦とは
 - 3-2. 内部摩擦の応用と条件
 - 3-3. 内部摩擦測定法
 - 減衰法 半価幅法
 - 位相差法
 - 減衰、半価幅、位相差法の相関
 - 3-4. 活性化エネルギーの求め方
 - 3-4-1. アレニウスプロット
 - 3-4-2. 装置と測定法
 - 3-5. 内部摩擦測定の潮流
4. 測定法と測定装置
 - 4-1. 序論
 - 4-1-1. 測定にあたって
 - 4-1-2. 測定方法と装置の分類
 - 4-2. 静的測定法
 - 4-2-1. 材料試験機
 - 4-2-2. 圧子法
 - 4-2-3. 高粘度ずり測定
 - 4-3. 動的測定法
 - 4-3-1. 音速測定法(超音波測定法)
 - 4-3-2. 固有振動法と装置
 - 自由共振式 片持ち共振式
 - 縦共振式
 - 圧電駆動直方体共振式
 - 電磁超音波駆動直方体共振式
 - 4-3-3. レーザー法
 - 4-3-4. 強制振動式内部摩擦測定
5. 測定の実際とデータ
 - 5-1. 温度条件測定
 - 5-1-1. 常温測定
 - 5-1-2. 高温測定
 - 5-1-3. 低温測定
 - 5-1-4. 超高温測定
 - 5-2. 力学、組織特性測定
 - 5-2-1. 変態・構造の変化
 - 5-2-2. 難共振材・制振材料
 - 5-2-3. ひずみ依存性
 - 5-2-4. ひずみ速度依存性
 - 5-2-5. 経時(疲労、時効)変化
 - 5-2-6. 異方性材料
 - 5-3. 外形形状
 - 5-3-1. 矩形板測定
 - 5-3-2. 丸棒・鋼線の測定
 - 5-3-3. 角柱
 - 5-3-4. 薄板、細線
 - 5-3-5. 大型試料
 - 5-3-6. 試料加工
 - 5-4. 材料・材質による測定
 - 5-4-1. 金属
 - 5-4-2. セラミックス、煉瓦、セメント
 - 5-4-3. 高分子、樹脂
 - 5-4-4. ガラス
 - 5-5. 品質管理
6. その他の装置
 - 6-1. 電磁超音波共鳴式肉厚測定装置
7. 参考事項と総括
 - 7-1. JIS(日本工業規格)と ASTM
 - 7-2. 学会、
 - 7-3. 参考資料と引用文献
 - 7-4. NTP 便りにについて
 - 7-5. 改訂とお願い



日本テクノプラス株式会社 (NTP)

〒532-0012 大阪市淀川区木川東 3-5-21 第3丸善ビル

TEL: 06-6390-5993 FAX: 06-6390-4698

Email: ntp @nihon-tp.com URL :http://www.nihon-tp.com

1. はじめに

1-1 概説

今日、材料開発の進歩はめざましく、過酷な環境条件のもとでの使用に耐える素材や新機能材などの開発が急速に進んでいます。材料の強度を示す弾性率(弾性定数、弾性係数)は構造材だけでなくセンサーとしての働きをする機能材においても不可欠の基本的物性値です。

弾性率は力の掛かる部分に使用する場合の構造解析や振動解析にはもちろん、素材の加工や成形をする場合に必ず使用され、材料の他の物性に微妙に関係しています。現在は均質材料(等方性材料)だけでなく複合材や傾斜材料、樹脂と金属の混合材、ポーラス材料など異方材料などがコンポジット材や高機能材として開発されています。そしてそのような異方性材料の測定方法や測定値に対する考察も問われてきています。弾性率は古くから使われている一般的な物性定数ですが、最先端の材料開発にとって真剣に考えなくてはならない最も新しい物性値です。

弾性率測定方法について材料内部の原子が1方向に動く状態で測定する**静的方法**と超音波法や固有振動法などのように原子の繰り返し振動を利用して測定する**動的測定法**がありますが、精度や操作性の良さ、幅広い対応性などによって固有振動法が大ききロードしています。

固有振動法では材料内部の欠陥や機能材の変化などを高感度に検出し材料開発や熱処理過程の研究に使用される**内部摩擦**が同時に測定できることも大きな特長です。

内部摩擦は、原子レベルでの歪みエネルギーや摩擦による熱エネルギーの変化を測定するもので、物理的には原子レベルの欠陥や原子の固溶状態、変態などの状態変化をもっとも敏感に検出できる方法の一つです。

内部摩擦を利用して原子構造を同定することは金属やセラミックスの研究者によって積極的に行われていますが、原子の固溶状態の研究や活性化エネルギーなどの測定にも内部摩擦が活用されています。

工学的には特に鉄鋼、非鉄金属などの金属関係では基礎研究はもとより現場でも多く活用されていて、制振性能の指標として使われ、鉄缶の深絞り性能の研究や品質管理などにも応用されています。

本稿では弾性率や内部摩擦の基礎的な概論を説明し、当社の主製品である固有振動法だけでなく、静的測定法や超音波測定法およびその他の測定法についても総括的に説明します。

物性に対しては素人ですが、総合的な専門メーカーとして経験した物性と計測という面からご参考になれば、ということでまとめたものです。

また本資料は常時、補追や修正を行っていますが、お渡しした時点でデータや説明が一部不十分なところが少なからず存在しますが、ご容赦下さい。

1-2 日本テクノプラスについて

弊社は、世界でも珍しい弾性率と内部摩擦測定装置の総合開発専門メーカーです。いろいろな測定法でいろいろな試料の測定を可能にできています。マーケットが小さいため次々に撤退していく企業の中で、物性の基本である弾性率の測定を物性研究者の立場にたってお手伝いをしよう、ということで事業を進めています。

先端的な研究であれば特殊な測定は必要になります。そのよう

なご研究で“特殊な1台だけ”としても開発、提供するというところを進めてきた結果、現在のような多機種、多機能の装置の品揃えとなってきたものです。

多種の測定装置(測定法)を開発したことによって、測定法や測定条件の違いによって測定した物性値に対する物性評価も異なる、ということなどがわかってきました。

これは、計測は単に出てきた数値を使用する、ということだけでなく測定原理や装置の特性を熟知することによってより深い物性評価や解析が出来る、ということを示しています。

これからもこのスタンスを守り、弾性率や内部摩擦測定だけでなく、粘性、粘弾性、応力、などの物性計測分野の拡大、材木やコンクリートなどの異業種、異材の測定装置、また現場向けの応用装置などを開発し、日本の材料研究と品質管理のお手伝いに邁進していきます。

1-3 弾性率と内部摩擦概論

材料に力を掛けると曲がり、力を取り除くと元に戻ります。この戻る範囲内で、掛けた応力と曲がり率の比を弾性率といいます。

これは Hooke の法則といって

$$\text{応力} = \text{ } \times \text{ひずみ}$$

の関係式で表され、この定数が弾性率です。

この定数として扱われていますが、最近ではいろいろな条件下や材料組織によっては変数として扱われるようになり、新たな材料研究や新素材開発に活用されています。

似ている言葉に“弾性定数”がありますが、これは通常結晶面における C_{ij} (スティフネス) を指しており、混同し易いので注意が必要です。弊社では弾性率だけでなく弾性定数の測定できる装置も市販化しています。(CC、CC シリーズ)

一般的には感じませんが、材料に力(応力)をかけると変形する(ひずみ)のが少し遅れます。この遅れは材料の中に持つ粘性によるもので樹脂や高分子などは大きく現れますが、金属やセラミックスなど粘性の少ない物質では非常に小さい遅れです。この遅れは物質内部に存在する粘性を生じさせる組織が熱エネルギーとなって消費されることによって生じます。いいかえますと、物質内部の原子レベルでの摩擦状態を示していることになり、物理・物性・材料分野では「内部摩擦」と言われています。

内部摩擦は $\tan \delta$ (略してタンデル)、損失係数、ダンピング、減衰率、対数減衰率、 Q^{-1} (Q inverse)、減衰能などという言葉が使われ、それぞれ定数が違う場合がありますが、物性評価の点ではほぼ同じといえます。

弾性率測定の際に応力や原子振動(共振や音速)を利用して測定しますが、このときに内部摩擦によって生じる時間遅れ(位相差)や自然減衰を利用することができますので弾性率測定と内部摩擦測定はペアとして行われるのがほとんどです。

このため強度試験と内部変化を同時に計測できる、という点がありますのでこの有効な活用は物性研究で大いに貢献できるものです。

遅れ現象を求めるには応力とひずみの位相差(遅れ時間)を測定しますが、樹脂や高分子のように柔らかく位相差の大きいものの測定は容易ですが、金属やセラミックスなど硬くて位相差の小さいので測定は非常に困難です。

弾性率測定の際に使用する共振振動の減衰測定する方法や共振振動分布の半価幅によって求める方法ですと正確で測定も容易なので今まで広く用いられてきたものです。

弾性率測定に超音波の音速を測定して求めることも古くから行われています。振動の減衰状況から内部摩擦を求める場合もありますが、通常の超音波法では圧電素子と試料間に接触面がありますので、そこで信号伝達(減衰波形)に大きな影響があり、よほど注意深くセッティングをしないと本来の試料物性を計っていることにはならないと思われますので注意が必要です。

2. 弾性率の基礎

2-1 弾性率とは

下図は応力と歪みの関係を**応力歪み線図**として描いたものです。**歪み**とは伸縮した長さを元の長さで割った値で、単位はありません。**応力**とは掛けた力を断面積で割ったもので圧力の単位です。

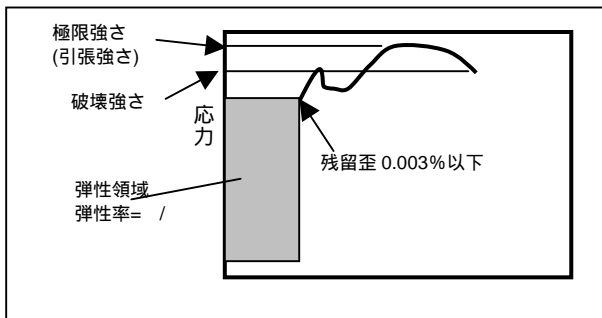


図 2-1- 応力歪線図

弾性領域での傾き(応力と歪みの比)、すなわち弾性率は、図 2-1-1 のように直線(一定)として取り扱われています。しかし実際の材料では振幅(応力)によって異なる(曲線となる)場合が少なくありません。この領域(定義上は永久歪み 0.003%以下：新版材料力学 太田友弥著 山海堂 1940 P19)を**弾性領域**といい、応力と歪みの比が**弾性率**です。

基本的な関係式は

Hooke の法則 (応力 = 定数 × ひずみ)

で表されます。

弾性領域を越えて応力を強く加えると、力を取り除いてもある量の歪みが残る領域(**塑性領域**)があります。ここでは材料内部の一部に破壊が始まっています。そしてもっと力を加えると材料はついに破壊してしましますが、此の点を**破壊強さ(引張強さ)**といいます。

弾性の発生は原子間の引力と斥力の関係から生じます。

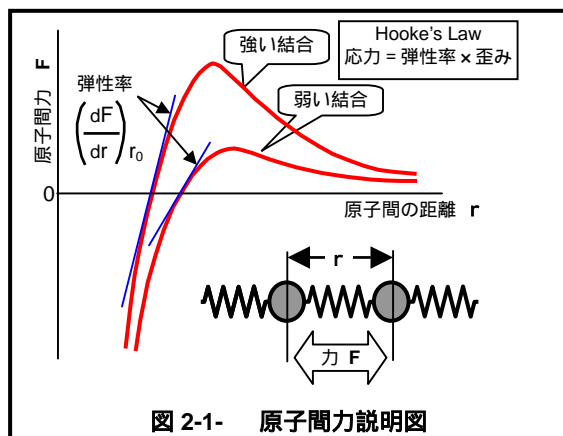


図 2-1- 原子間力説明図

上図は原子間の引力と斥力をバネとして表したときの原子間距離 r とお互いに働く力 F をグラフ化したものです。原子間力が約

りっている付近の傾斜が弾性率です。

弾性率は**弾性係数**ともいい、ヤング率(E 、**縦弾性係数**、**曲げ弾性率**などともいう)、剛性率(G 、**横弾性係数**、**ねじり弾性率**、**せん断弾性率**などともいう)、ポアソン比(μ)、体積弾性率(K)などの総称として使用しています。業界によって若干の違いはありますが、通常弾性率と言ったときにヤング率を言っていることが多いようです。(以下、弾性率の基礎は容量の関係で省略。ご希望の方は ntp@nihon-tp.com へご連絡ください)

ポアソン比 μ も等方性材料の場合に限り、ヤング率 E と剛性率 G が測定できると、下記の式で算出できます。

$$\mu = \frac{E}{2G} - 1$$

以上の式は、あくまでも等方性材料の場合であり、異方性材料の場合ヤング率 E と剛性率 G のバランスが崩れ、上式で計算したポアソン比が大きく常識値を離れた値となります。

2-2 弾性率測定における条件

項目 2-1 の式の展開をごらんいただくとわかりと思いますが、弾性率測定では基本的に

等方性材料であること

断面一様であること

を基本条件として計算式は求められています。

これは材料試験機などを使用する静的な測定法でも共振法や音速測定法でも同じです。

2-3 弾性定数とは

概説

弾性率は材料全体のマクロな応力とひずみの関係を示したもので、材料には等方体であることが前提となっています。

しかし、近年単結晶、複合材、ポーラス材、薄膜などのような構造がランダムでない異方性材料の開発とその応用が進んでいます。これらの異方性材料をフルに活用するためにはその異方性にあった弾性解析が必要になります。

Hooke の法則に従うときのこの結晶面の各面における応力とひずみの関係を弾性定数、またはスティフネスといい、 C_{ij} と表します。

スティフネスの逆数をコンプライアンス(弾性ひずみ定数)といい S_{ij} と表します。

余談ながらスティフネスが C 、コンプライアンスが S を使いますが不思議です。インターネットで調べると、コンプライアンスは弾性ひずみのことなので Strain の S でこちらはナルホドといえますが、スティフネスは硬さ 筋肉の収縮 contraction、か逆数を示す contrary からではないかという説明をされていたが、こちらはちょっと無理があるようです。

電気音響関係では compliance に c 、stiffness に s が使われているとのことです。(以下、弾性定数の基礎は紙面の都合で省略。ご希望の方は ntp@nihon-tp.com へご連絡ください)

3 . 内部摩擦 (Internal Friction)の基礎

3-1 .内部摩擦とは

内部摩擦は内耗や $\tan \delta$ ともいわれ、 Q^{-1} ($Q^{-1} = 1/Q$ Q^{-1} -inverse)で表し、減衰率、対数減衰率、ダンピング、減衰係数とはある係数を介して使われています。高分子関係では損失係数や $\tan \delta$ という言葉がよく使われ、 $\tan \delta$ を省略してタンデルと称しています。

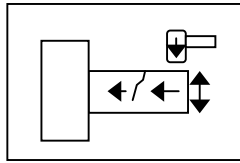


図 3-1- :振動とひび

一般的に、試料に微小な外部振動をあたえたのち外部振動を外しても、材料が均一で欠陥がないときの振動は非常に純粋な単一振動数(固有振動数)となり、空気の抵抗など材料の外部抵抗(摩擦)がなければ永久に振動します。ところが一般的には材料内部に原子のズレや空孔などの欠陥があったり、センサー材などのように原子や電子が移動し易くなっていると、図 3-2-1 の亀裂があるのと同様に振動はその部分で抵抗(摩擦)を受け減衰します(振動は早く止まる = 音が早く消える)。

このように内部摩擦は結晶や材料に応力(外部応力)を加えたとき、その応力を緩和するような原子や欠陥部分があると、その外部応力を吸収する、すなわち物質内部に転位や粒界があると外部応力が加えられたと原子間摩擦を生じたり、原子間に浸入した溶質原子があると、原子間に歪みが生じ、外部応力が加わると摩擦を生じます。

このような摩擦があると自由振動は減衰します。

この減衰の速さまたは振動周波数の広がりや数値化したものを材料の内部に起因する摩擦であることから内部摩擦といい、材料開発における内部構造の指標(内部欠陥の大きさ)として利用されています。材料内部に欠陥が少ない程内部摩擦は小さい値となり減衰はゆっくりとなり、変化に対する追従が遅くなります。

このような内部摩擦をもつ材料の動きをモデル化した代表的な例を図に示します。バネが弾性、ダッシュポットが粘性を示し、材料の構造によって両者のいろいろな組合せで説明されます。

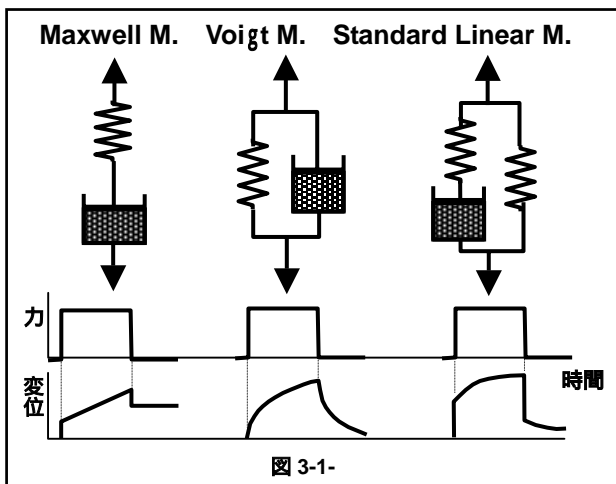


図 3-1-

3-2 .内部摩擦の応用と条件

内部摩擦は材料内部での原子間でのお互いに擦れ合う状態にあると、振動したときそこに摩擦熱が生じエネルギーを消費します。

それらの内部摩擦が生じる原因として次のような物があります。
(この項は追って順次追加していきます)

- 材料の軟化
- 溶質原子の拡散
- 転位
- 空孔、イオン伝導
- 粒界
- 制振材料
- 製缶の絞り
- 材料の疲労
- 放射線劣化
- 変態
- 金属の熱処理
- セラミックスのバインダーの焼却とセラミックスの強度
- 燃料電池の電解質
- 微小塑性と内部摩擦

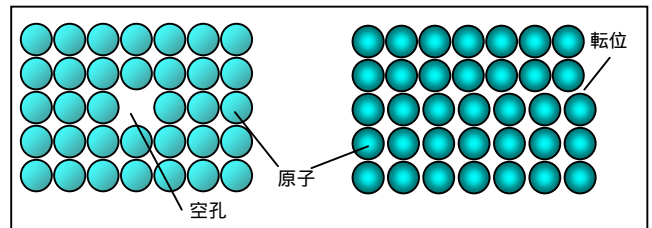


図 3-2- :空孔と転位

これらの内部摩擦を生じさせる物性現象の周波数との関係について、内部摩擦研究者にとってバイブルとも言われている C.Zener の「Elasticity and Anelasticity of Metals」(1948 年)の表紙裏には下記のような典型的な緩和スペクトルとして記載されています。

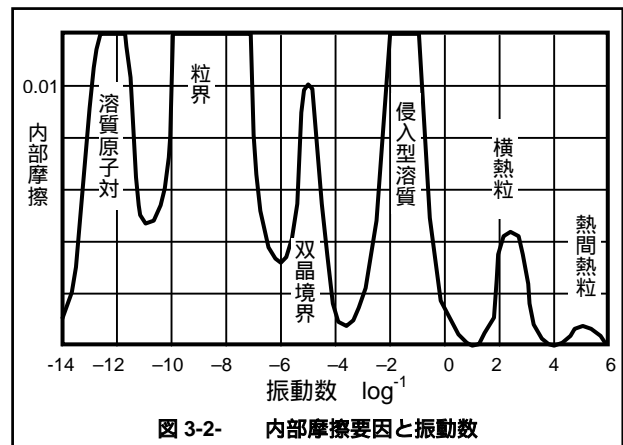


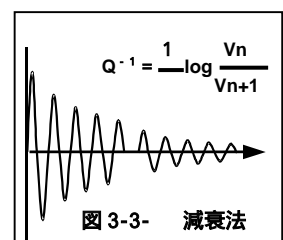
図 3-2- 内部摩擦要因と振動数

3-3 .内部摩擦測定法

内部摩擦の主な測定方法として、減衰法、半価幅法、そして位相差法と 3 通りがあります。

減衰法

物質に振動を与え、加振を止めると振動は自由振動となって振動し、徐々に減衰して消滅します。これは内部摩擦によるエネルギー消費に依って起きていますが、この減衰を測定する方法が減衰法です。一般的には対数変化で減衰しますので、1 波毎の振動の比の対数をとる



と、どこをとっても同じ値になるので対数減衰率が用いられ、図 3-2-3 のように 1 振動毎の減衰する率で表します。実用測定の中で最も簡便な測定法が交流を直流化して時間差で測り、その時間差で波数を計算して測定する方法です。この場合歪み依存性がある場合は平均的な値として求められますので、正確には各波毎の減衰を測る方が正確になります。弊社では各波毎に測定できる回路を考案して採用していますので正確な測定が可能です。

(以下、減衰法の算出は紙面の都合で省略。ご希望の方は ntp@nihon-tp.com へご連絡ください)

$$\begin{aligned} \text{対数減衰率} &= \ln \frac{V_{\max, n}}{V_{\max, n+1}} = \ln \frac{V_{\max} e^{-n}}{V_{\max} e^{-(n+1)}} \\ &= \ln e = 1 \end{aligned}$$

と表わせます。

この結果

$$Q^{-1} = \tan \delta = \frac{\text{対数減衰率}}{1} = \frac{1}{Q} \ln \frac{V_{\max, n}}{V_{\max, n+1}}$$

減衰法のメリットは測定時間が短いので昇温時間を短くしたり自動測定を行うときなどに用いられますが、内部摩擦が高くなって減衰が早くなると取得するデータ数が少なくなって精度が悪くなります。弊社の 1 波毎のサンプリング方式ですのでより正確に測定することが出来ています。

減衰法は各種の共振法や超音波法で用いることができますが、共振法のうち打撃法は多くの振動が含まれているために基本振動のみを選んで減衰を図ることが困難であること。圧電素子を用いた超音波音速測定方式は減衰信号が検出素子と試料面との接触面を通るので波形が変わってしまうこと等があるため絶対値測定は難しいと言えます。

半価幅法

振動が伝達するときに伝達を阻害する要素があると、その信号は散乱や吸収をされ振動波形に位相の遅れなどを生じさせます。

位相のずれは振動数の広がりとなって現れ、その広がり(半価幅)を測定することによって内部摩擦を求めることができます。

半価幅法は半価幅を中心周波数で割りますが、どちらの測定も比較的に高精度で測定できますので高い測定精度が得られます。

しかし、周波数スキャンをするので測定時間がかかります。内部摩擦が小さいときは、ピークの幅が狭くても変化のレスポンスがゆっくりなので 1 ピッチあたりの測定待ち時間を長く取る必要があります。逆に内部摩擦が高い時はレスポンスは速くても、プロファイルの幅が広がりますので測定点数が多くなるので、どちらにしても長い測定時間が必要となり、どちらにしても 1 ピークプロファイルを描くのに時間がかかります。そのため、半価幅法は測定点数が少ない場合や精度を要する場合に用います。

半価幅法は、図 2-2-4 に示すように固有振動を中心にした振動数の分布から求めます。

(以下、半価幅法の算出は紙面の都合で省略。ご希望の方は ntp@nihon-tp.com へご連絡ください)

そして

$$Q^{-1} = \tan \delta = \frac{1}{Q} \left(\frac{2 - 1}{0} \right)$$

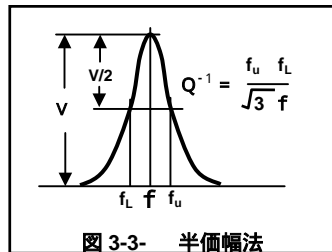


図 3-3- 半価幅法

となります。

半価幅法は共振周波数を中心にして周囲の分布であるスキャンプロファイルを計測できる方法が使えます。そこで、この方法も超音波音速法と打撃法では測定できません。半価幅と共振(中心)周波数は誤差が小さいので高精度で高分解能な測定ができますがスキャンプロファイルを描きますので測定に時間がかかることが難点です。微量な差の評価や減衰法で測定できない高内部摩擦のときなどに用います。

昔の文献や書籍では、減衰法を自由減衰、半価幅法を強制振動と述べている場合があります。

位相差法

位相差法は内部摩擦によって駆動した応力に対して試料応答(歪み)の遅れとなって現れることを利用して、図 3-2-5 のように応力と試料の遅れの時間遅れを角度遅れ(位相差)として表わします。

位相差法は、共振法のように振動振幅を大きく取れず、内部摩擦が小さいほど遅れ時間()が小さいので検出が困難であり、非常に微小時間の計測システムの開発が要求されます。

近年、内部摩擦が大きく剛性の弱い樹脂用の装置が操作が容易なために利用されていますが、バックグラウンドが高いことに留意せずに、測定値と勘違いした学会発表がありますが、注意が必要です。弾性率の値が大きく違っていることが試料固定部などの弱さを露呈しています。

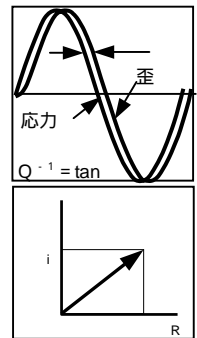


図 3-3- 位相差法

物体に外力(応力) $\sigma = \sigma_0 \cdot e^{i\omega t}$ を加えたとき右上図のように物体の歪みが $\epsilon = (\epsilon_R - i\epsilon_i) e^{i\omega t}$ という変化をするとき

ϵ_R 、 ϵ_i の関係は右下図のように表せます。

このときの ϵ_R 、 ϵ_i を挟む角が δ であり、擬弾性部分を示し、 ϵ_R 、 ϵ_i との関係式 $\tan \delta$ が内部摩擦になります。

すなわち、内部摩擦 = $\tan \delta$ ($\delta = 1$ のとき) となります。($\delta = 0.17$ のとき 10% の差)

共振点では、位相の反転があり位相は大きく乱れるために位相差法は使用できないので、共振を利用しない強制振動法で用いられます。

減衰法、半価幅法、位相差法の関係

以上の減衰法、半価幅法、位相差法の最終の 3 式から

$$\text{内部摩擦} = \tan \delta = \frac{2 - 1}{\sqrt{3} \cdot 0} = \frac{1}{Q} \ln \frac{V_n}{V_{n+1}}$$

となり、内部摩擦が小さいときはどの方法でも同じ値ということになります。

3-4 活性化エネルギーの測定

3-4-1 アレニウスプロット

活性化エネルギーは電気抵抗法、電気化学法などいろいろな方法で求められますが、内部摩擦を用いて求めることも出来ます。

物質内部に構造の変化があると、振動に影響を与え内部摩擦が生じます。内部摩擦を温度や周波数の関数として測定したとき、ピーク位置は最もエネルギー的に活性化しているときです。

そのエネルギーが 2 つ以上の条件下で測定できるとアレニウスプ

ロットというグラフで活性化エネルギーを求めることが出来ます。

内部摩擦は振動の緩和ですから、緩和時間の式

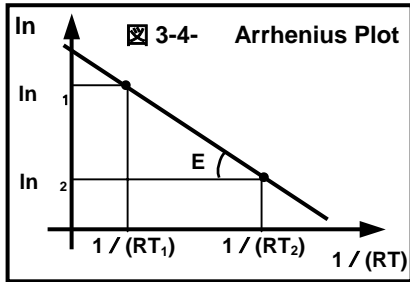
$$= \tau_0 e^{E/(RT)}$$

で表わせます。ここで、 τ_0 は振動因子、E は活性化エネルギー、R は気体定数、T は絶対温度を示します。

(以下、「アレニウスプロットの基礎」は紙面の都合で省略。ご希望の方は ntp@nihon-tp.com へご連絡ください)

すなわち、グラフで傾きを求めるには最低2点あれば求めることが出来ますので、周波数か温度を変えて2点以上測定し、そのときの内部摩擦のピークとなる周波数と温度の組み合わせを求めます。

そこで右図のような縦軸を \ln 、横軸 $1/(RT)$ としたグラフに2点(以上)をプロットし直線を引きますと、その勾配は活性化エネルギー-E を示していることとなります。



3-4-2 装置と測定法

活性化エネルギーを求めるには2点以上のデータが必要ですが、具体的に2点以上のデータを測定するにはどうしたらよいでしょうか。

装置の基本条件

基本的に温度依存性の測定の出来る装置が必要です。ただし、周波数と温度の変化幅内にピークが出ない(エネルギーレベルが離れていない)と求めることが出来ない場合もあります。

共振式装置が1機種の場合

共振式の場合、周波数は固有振動数ですから異なった周波数で測定をするには試料サイズを変えることとなります。ただ、装置によって試料サイズ幅には限界がありますので、あまり大きな差を得ることは難しくなります。

そこで、より正確な勾配(活性化エネルギー)を得るには、測定点数を多くとり、平均化することにより小さな差を見いだす方法を採用します。

共振式装置が2機種以上ある場合

装置の機種が異なると、同一試料でも異なった固有周波数になりますので、結構離れた周波数による2点のデータを得ることができます。

強制振動装置の場合

強制振動法でも温度変化(依存性)を測定できることが必要です。この装置の場合は温度を一定にして周波数を変化させてピークプロファイルを求める場合と、周波数を固定して温度を変化する場合との二つの方法が使えます。また周波数、温度は幅広く設定できますので、いろいろと組み合わせで測定すると、思わぬ現象を発見する可能性も高まります。

$\ln \tau_0$ について

縦軸の交点は $\ln \tau_0$ であり(実際には X 軸はゼロにはなりません)が、近似ゼロで求めます) この値から振動因子 τ_0 を求めることができます。例えば、振動因子の大きさと減衰の原因(格子振動、転位、電子の緩和等)やその他の現象との相関が得られれば、次に振

動因子を求めるだけで未知の試料内部の物性を知ることが出来る可能性もできます。

内部摩擦と活性化エネルギーとの関係のデータの積み重ねは、鉄鋼、金属関係で最も進んでいて、新素材研究の大きな一助となっています。

横振動と捻り振動

現在は内部摩擦の生じる原因は等方性ということを利用して捻り方向でも横方向でも同一とみなしています。

もし、捻り方向で求めた活性化エネルギーと横振動で求めた活性化エネルギーが異なっているとすると、構造変化の異方性が見えたことになり、より一層研究が進展するのではないかと思われるます。

3-5 内部摩擦測定の潮流

2005年の9月に京都で開催された内部摩擦の国際会議 ICIFMS (International Conference on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy) は世界の内部摩擦の研究におけるトップクラスの発表ですので、発表分野を整理すると、最先端の内部摩擦測定の潮流をみる事ができます。

欠陥のキャラクタリゼーション

結晶中の点欠陥、転位、界面	38件
相変態のカイネティクス・ダイナミクス	12件
非晶質材料(粘弾性、構造緩和、ガラス転移、結晶化)	18件
新分野(境界領域的分野)	
ナノ材料、薄膜材料	14件
高分子材料、生体材料	12件
実用研究(力学損失利用の研究)	
制振(高減衰能)材料	12件
実用工業材料(弾性、擬弾性、溶質原子の挙動等)	21件
新しい実験技法	11件

上記の結果は、内部摩擦、すなわち弾性・擬弾性といった巨視的性質の測定は、マクロを測定してミクロを明らかにするのを得意とし、どのような物質にも基本的には適用できるという長所を活かしている、といえます。

今後はナノスケールを直接探る先端的な実験手法と併用して境界領域的な分野においてもよりいっそうの展開が予測できそうです。

以上のように、実績のある内部摩擦の利用の拡大によって今後の物性研究への発展、拡大が期待されています。

内部摩擦の研究では、従来は振動数や歪みには関係なくデータが扱われてきましたが、上記の国際会議では振動数依存性や歪み依存性の測定は常識となってきている、といっても過言ではないように思われます。

内部摩擦は固体物理的な用語ですが、電子部品のQ値の逆数(結局同じもの)でもあり、制振材料で使われる減衰能、高分子関係で使われるタンデル($\tan \delta$)などと同じ物であることは、この値がいかに幅広い意味を持つものか、ということを示しているともいえます。

弊社では、このような最先端研究の場で研鑽を積み、小さいマーケットながら、物性研究に欠かせない内部摩擦測定装置の開発に尽力しています。

現在は、歪み状態が等方的ということを利用して、捻り振動も横振動でも同じ扱いをしています。今後は装置精度の向上や物性理論解析が進むに連れて両者の比較による異方性解析へと進むことでしょう。

4 . 測定法と測定装置

4-1 .序論

4-1-1 .測定にあたって

計測、測定などを行う上で、測定法の原理を熟知して測定することが重要です。原理を知らずに測定しても値は表示されますが、その値が目的とする物性値を正しく表しているかどうかはわからないからです。

例えば、物質の温度を測定しようとするとき、温度計として何を使うか、どのようにして測定するか、・・・等センサーそのものの精度だけでなく被験体が小さくセンサーが大きいとセンサーに熱を吸収されて正しい温度が測れなかったり、試料のどこで測定するか、正確な温度を示すまでの時間などきちんと検討して最適なものを選ぶ必要があります。

また、デジボルで電圧を測定するだけでもインピーダンスやデジボル内でのデータの処理方法などを知って測定しないと正しい値となるとは限りません。物性測定においてはより一層物性と測定法との関係に注意を払う必要があります。

弾性率や内部摩擦を測定するとき、どのようなときの力学特性を求めようとするのかによって測定法を決めなくてはなりません。従来は等方性材料だったので問題が少なかったのですが、現在は複雑な材料が多く、例えばヤング率といっても圧縮と伸びと曲げでは値の違うものが少なくありません。また従来はわからなかった試料の異方性があり、それによって単純な方法での測定では使えない等の問題がでてきています。静的測定にしても動的測定にしても原理を知らなくてはなりません。

4-1-2 .測定方法と装置の分類

弾性率を測定する方法として単純に材料(試料)に一定の力を掛けそのときの歪み量を測定する純機械的な静的測定法と、音波の伝播や試料の振動など分子や原子の振動が弾性率に関係することを応用して測定する動的弾性率とがあります。

それぞれに特徴がありますが現在は動的測定法、その中でも特に固有振動法が精度の良さや操作の容易さ、特殊な形状の試料にも対応できるなどに加えて内部摩擦が測定できることなどから採用の主流となっています。最近ではそれぞれの測定法によって物性的な測定値に差がある場合があることが判明して、その差を利用して材料構造を解明するという新たな使い方もでてきています。

その代表的な例として、測定法によって周波数が違う「ひずみ速度依存性」 ひずみの大きさによって値が変化する「ひずみ依存性」などが挙げられます。(後述)

また、測定法によって試料形状、温度領域によって測定の容易さや誤測定の可能性などがあり、データの信頼性が問題になるものもあります。装置性能や種類の増加によって技術的にも JIS や ASTM を超えた測定条件などを必要としていることができています。

以下におおまかな想定法と装置の分類を示します。

大分類	測定原理	試験方法		測定装置
静的測定法	機械力	引張り試験法 曲げ試験法 圧縮試験法		引張り試験機 材料試験機 材料試験機
		圧子法		インデンテータ
		高粘度ずり測定法		VH シリーズ
動的測定法	固有振動法	自由共振式	非接触駆動式	JE シリーズ
			吊り線駆動式 インバクト式	JG シリーズ IE シリーズ
		片持共振式	強力駆動式 非接触駆動式	EG シリーズ TE シリーズ
			縦共振式	
	直方体共振式	圧電素子法	CC シリーズ	
		電磁超音波法	CC シリーズ	
	音速測定法	電磁超音波式	非接触	EM シリーズ
		圧電素子式	接触式	超音波測定装置
		熱弾性	レーザー法	

表 4-1- 弾性率測定法の分類

上表で XX シリーズと記載している装置は弊社製品でそれぞれ温度範囲や測定雰囲気などによってそれぞれ数種の機種を含んでいることを示しています。

4-2 .静的測定法

この方法は試料に一定の力を加えて測定するもので、一般的には材料試験機といわれる純機械的方法で行い測定時に原子や分子の動きが一方向で総括的に静的測定法と言われています。

4-2-1 .材料試験機

材料試験機を使用して応力と歪みの関係を求め、図 2-1-1 の応力-歪み曲線を求めるのは、材料試験に於ける基本です。装置の動作としては材料試験機の強力なパワーを利用して材料の強度を求めると、破壊までの強度測定ができることが大きな特長です。

また、試験方法として曲げや圧縮などができますので、特性の異なる材料に対しては有効な試験ができます。

図 4-1-1 に引張りと圧縮、図 4-1-2 に曲げによる測定方式の例を模式図で示します。この測定では試料に直接力をかけるため試料の固定部分に大きな力がかかります。測定に影響しないためには力を加える部分に特別な機構の工夫と試料の取り付けに熟練を要します。歪み量を測定する方法として歪みゲージを貼付したり、固定部間の変位を測る h お方法などを用います。

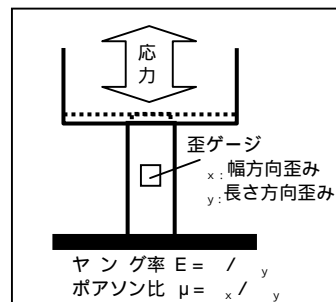


図 4-2- 引張り又は圧縮方式

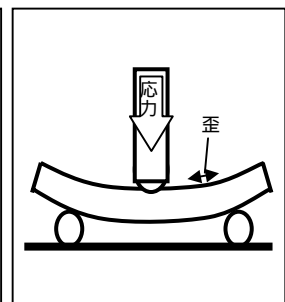


図 4-2- : 曲げ測定方式

一般的には歪みゲージの貼付が行われていますが最も熟練を要する作業です。一般的には材料試験機での測定には下記のようなデメリットがあります。

- 測定時間がかかる
- 測定技術に熟練がいる
- 試料固定
- 歪みゲージ貼付
- 特殊な試料加工（引張り試験）
- 装置のメンテナンス、校正が重要

以上のように、材料試験機では強い力を掛けるので、機械の摩擦等による応力の変化やがた、歪み測定に於ける歪みゲージ貼付の技術的ばらつきなどが測定精度に影響を与えやすく、データのばらつきや偏差となつてでてくるのが少なくありません。

このように再現性には大きな問題があり、これに対処するには多くのサンプルを測定し平均値を求めることが必要です。しかし、この方式は塑性領域の変化や破断試験などと動的方法ではできない測定をすることができるという大きなメリットがあります。

4-2-2 圧子法（ナノインデンテーション法）

圧子法は、円錐状または半球形の先端を持つ棒を材料表面に押しつけ、その力(応力)に対する押し込み量(歪み)との関係から材料のヤング率を求めようとするもので、一般的に測定の困難なナノメートルスケールの厚みを持つ薄膜の測定に用いられることがあります。

ただ、押し込みに対して応力の及ぶ範囲が先端の断面以上に及ぶことや圧子の形状による応力分布や歪み分布を考慮する必要があり、解析方法についていまだに議論が行われているところです。

4-2-3 高粘度物質ずり粘性測定法

物性の中に粘性があります。粘性の測定は材料の緩和時間を測りますが、従来はビームベンディング法や貫入法などで測定されてきました。

これらの方法は本来低粘度物質の測定用であって樹脂やプラスチック、ガラスなどの 10^8 - 10^{14} Pas のような高粘度材料の粘度算出には低粘度データカーブを使用した外挿検量線が用いられていました。

このずり方式は粘度測定の定義となる基本であるのであって、特に高粘度物質の測定では基本となるものです。低粘度であってもこれらの測定には標準試料による校正が必要ですが、弊社の VH シリーズに用いているズリ計測法は旧計量研(現 産総研)で開発された絶対測定法ですので、他方式の測定を校正する標準試料作成に使用できます。

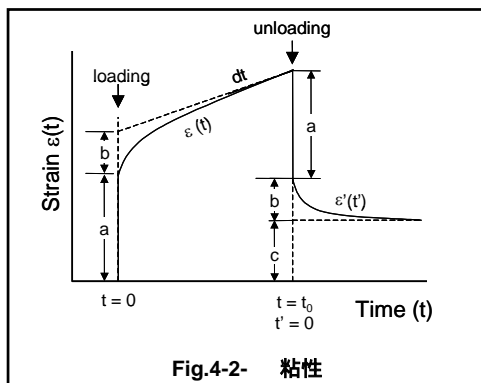


Fig.4-2- 粘性

下図に立方体試料の上下にステップ状の応力が加えられた時の歪 (t)の時間 t 依存性を示します。

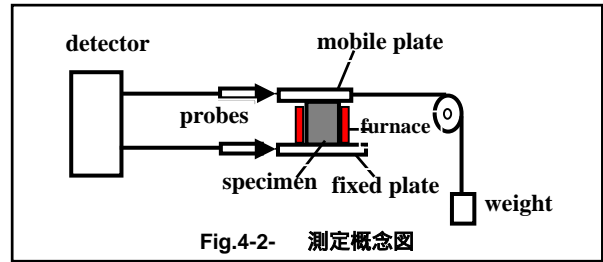


Fig.4-2- 測定概念図

この過程は次式で表わせます。

$$(t)=a+b[1-\exp(-t/\tau)]+dt \quad t \geq t_0 \quad (1)$$

$$\epsilon'(t)=c+\exp(-t'/\tau) \quad t' \geq t_0 \quad (2)$$

ここで、a, b, c, d 及び τ (緩和時間) は定数で、式(1)において、第1項は弾性を表し、第2項は疑弾性を表し、第3項は粘性を表わします。(t)がずり歪、 ϵ がずり応力の場合には、粘度は次式で与えられます。

$$\eta = d \tau / dt, \quad \eta = \tau / d \quad (3)$$

この測定法は自社材料で標準試料を作成できる絶対測定であることが大きな特長で、弊社ではVHシリーズとして製品化しています。

4-3 動的測定法

動的測定法は、静的測定法と異なり原子や分子などの振動とヤング率の関係を利用して測定します。その測定法として音速を測る方法と固有振動を測る方法があり、固有振動を求めるのに共振を利用しています。

振動を与える方法によって固有振動法(共振法)、圧電素子による超音波法、電磁超音波法、レーザー超音波法などがあります。

振動とは音波の伝導であり、原子の振動です。

たとえば、振動周波数でいえば

- 片持ち共振法 0.1Hz ~ 1000Hz
- 自由共振法 300Hz ~ 30KHz
- 圧電共振法 10KHz ~ 3000KHz(3MHz)
- 超音波法 1MHz ~ 30MHz

現時点ではどの方法を用いても同一値として扱っていますが、振動ですので、その振動の伝わる速さによって材料が示す物性が異なる場合が出てきます(ひずみ速度依存性)。すなわち測定された物性値は異なることが考えられます。

また、振動が試料全体で伝わる共振法と細いビームで伝わる超音波法とはまた、様相が異なってきます。共振法においては、試料の保持方法で機種が分かれますが、それぞれ振動数が違ってくることによって長所、短所が生じます。

測定に当たっては、材料の何を知らうとしているのかを把握し、測定の難易さも含めて、適正な測定法を採用することが重要となります。場合によっては、数種の測定結果によるそれぞれの側面から考察を行い、物性の評価を行う必要も出てきます。

以上の問題は、現在では物質が等方性(均一)であるということを前提にしている場合にはその差はありません。しかし測定精度の向上と合金開発などによって今まで気づかなかった異方性などが見えるようになってきており、熱処理などの多様化、特殊化などへと発展しています。

一般的には静的測定法と比べて、非常に精度が高くかつ操作も容易です。

4-3-1 .音速測定法

超音波計測法には、1個の圧電素子を送信、受信両用に切り替えて使用するパルスエコー法、音速が位相のずれとして現れることを利用する位相比較法、試料を送信、受信の圧電素子で挟み測定するシンクアラウンド法等がありますが、基本的には同じ原理で、超音波の物質中の伝播速度が弾性率に依存することを用いて下記のような単純な計算式で弾性率を算出します。

$$\text{弾性率} = \text{密度} \times \text{音速}^2$$

ヤング率Eを測定するときは縦波を使用し、剛性率Gを測定するときは横波を使用します。厳密には音波は散乱と伝達には単純に直進ではなくて横方向にも影響があるのでポアソン比も考慮した式を使用します。

音速を測る場合に、一般的には板厚方向での反射、もしくは透過で測りますが、反射方式が一般的です。板厚方向で測る場合に数波長の振動(波)が必要ですから、波長が板厚の数分の1の波長が必要となり、使用振動数(周波数)はMHz領域になります。

また、反射波(もしくは透過波)の伝達時間測定を測定するとき、材料内部に欠陥があると乱反射が生じ、測定に若干の熟練が必要です。

- 一般的には
- 反射波の特定技術
- 圧電素子の貼付技術
- 試料の平行度と面仕上げ
- 測定周波数の高過ぎ

などが、問題としてあげられます。

超音波法は数MHzの高周波を用いますが、周波数が高いので原子の振動が断熱変化に近くなり、静的測定法や共振法による等温変化と微妙に異なる場合が出てきます。

素材中に界面や複雑な第2相等のような物質の境界、超音波素子の接着部分、試料面の粗さ等によって超音波が乱反射し、かつ反射強度も小さくなるため明確に反射波を検出することが困難となります。対応策として、面の平行度と粗さを高精度にした試料作成を行い、超音波センサーと試料の間に信号が通りやすくするために粘性の高い物質をカップリング材として使用します。

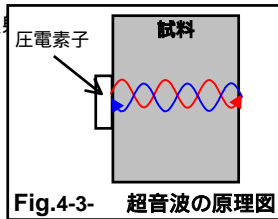


Fig.4-3- 超音波の原理図

向の厚みが10mm程度以上は欲しいことと反射面の角度が垂直であること、反射面の仕上げが良いことなどの制約がありますが、超音波の入射方向を変えることによって異方度や偏析等が測定できるというような特徴もあり固有振動法と併用して物性解析することなど今後の活用が期待できます。

2002年にセラミックスの内部摩擦測定の実験室が検討されましたが、ラウンドロビンテストの結果、超音波による内部摩擦の測定は除外されました。

おそらく圧電素子と試料との接触面による音波の伝達への影響が無視できないことが大きな原因ではないかと推察しています。

超音波測定は高周波であり振幅が小さいことから原子の振動における熱的变化が断熱変化している場合が考えられ、また組織の結晶性が悪くなってきたときに緩和時間の影響から弾性率は高く出る傾向があります。(周波数依存性)

4-3-2 .固有振動法と装置

ある一定断面の形状の材料は

$$2 f = \frac{2}{L^2} \sqrt{\frac{E I}{S}}$$

という式に基づいた固有振動(基本振動)を持っています。

ここでf:固有振動数、L:材料の長さ、E:ヤング率、I:慣性2次モーメント、ρ:密度、S:断面面積、n:境界条件に基づく振動方程式より得られる定数、です。

この式でfは試料の保持方法(振動の境界条件)によるものでEとf以外のものは試料の形状で決まるので、あとは固有振動数を測定することでヤング率が測定できます。

現象的には固有振動とは、物を叩いたときの音です。最も身近な応用は木琴や鉄琴です。この音は上式が示すように材質と形状によって一定の音質(振動数)を持っています。固有振動(数)以外ではほとんど動きません(振動しない)が、本来持っている振動ですので同じ振動数で力を加えると弱い力であっても大きく振動し始めます。このような振動の仕方を共振(共鳴)といいます。固有振動法では固有振動数を見つけるためにこのような共振という方法を用います。シンプルな振動と計算の容易さから試料形状は角棒や丸棒のような断面一様な形状用いられます。当社の装置はこの測定法を基本としています。超音波と違って試料全体の振動を利用するので材料の平均値としての値を得ることができます。一般的な使いやすい方法です。

ヤング率は横振動または縦振動で、剛性率は捻じり振動で測定します。試料の形状及び保持方法によって振動の境界条件が決まり、計算式が異なります。試料形状や保持方法が複雑になるほど計算式も複雑となり補正が必要になりますが、測定作業上で有利な面もでてきます。

振動式の計算が最も容易なのは自由保持方式(自由共振式)の丸棒で、断面形状が三角形や正方形でも測定・算出可能です。高温状態や内部欠陥の多い(内部摩擦の大きい)材料では自由共振法での共振が難しくなり、また偽信号が出やすくなります。

一方片持ち式では計算式が複雑になり、試料固定による誤差が生じますが、共振が容易で複雑振動がないため自動測定が容易になります。

自由共振法や片持ち共振法などの固有振動法は静的測定法や超音波法と比べて試料作成の容易さ、操作の容易さ等が共通しています。

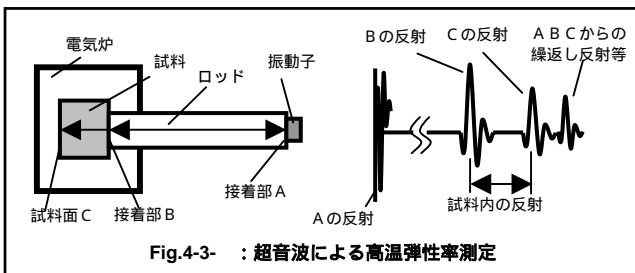


Fig.4-3- 超音波による高温弾性率測定

高温測定では図4-3-2の模式図のように超音波振動子から入射した超音波パルスはロッド(ロッドは高温測定の場合の振動子の熱破壊を防止するもので常温の時は不要)を通して試料に入射し、対面からの反射時間を測定し速度を計算します。

高温測定の場合、超音波素子の耐熱性や接着材の溶融による超音波素子の接着不良、ロッドの熱伝導による試料温度のアンバランス、ロッド使用による各部からの乱反射と減衰等により測定は一層の困難を伴います。このように高精度の試料作成、超音波センサーの取付け、反射波の選択等に熟練を要します。

しかし超音波法は、微細な均質部分の弾性率の測定やクラックの少ない材料には適しています。試料サイズ、特に超音波の入射方

自由共振式測定

自由共振式とは振動学上では自由端保持方式にあたり、試料の両端をフリーにした状態です。

試料の保持は必要ですから図13-1のように振動の“節”の位置で保持します。

片持ち法では試料の片側を固定しますから固定による誤差が入りますが、自由共振式は非常に誤差が小さくなります。

自由共振法でも加振方法によって次のような種類があります。

- 静電駆動式
- 吊り線駆動式
- 打撃式(インパクト式)
- 電磁石駆動式

静電駆動式は図13-2のように試料とわずかな空間で相対する電極に交番電気を流し電気クーロン力で試料を加振させるものです。センサーも非接触で、振動の節に試料セットできますから高精度、高感度で、測定できる試料形状も広範囲で最もお奨めできる汎用性の高い装置です。200 μ mのSiウエハー等から大きく重い物(直径15mm×長さ150mmの金属丸棒)まで幅広く対応できます。弊社製品ではJシリーズです。

図13-3に示す吊り線駆動式は自由共振式では比較的に早く実用化されたためJISではこの方式の模式図が記載されていますが、試料を吊っている細線を通して試料を加振し、もう一方の吊り線で振動を検出する方式です。この方式は加振するために吊り線は節でなく振動位置にしますので振動数に影響を与えること、吊り線の振動がはいること、振動器や検出器で試料を支持しているため重量、形状に制限があることなどのデメリットがあります。特に内部摩擦測定時の減衰には吊り線がじゃまをして大きな誤差となります。

打撃式は試料をハンマリングして加振します。この場合はいろいろな振動が検出しますので周波数解析が必要ですが、室温測定なら測定時間が非常に速いので現場向きで弊社ではポータブルのIEシリーズとして製品化しています。

図13-4に示す電磁石式は電磁石に交流を流して試料を加振します。金属でない試料の時は薄い金属板を試料に貼付しますが、この重量が振動数に影響を与えることと減衰時の加振OFFしたときに電磁石のコイル成分で逆起電力がかかる影響を考慮する必要があります。

いずれも自由共振法(自由共振式)と通称され、永らくヤング率

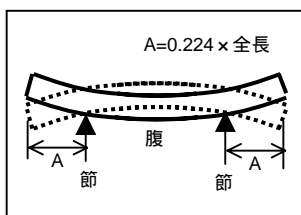


Fig.4-3- 自由振動図

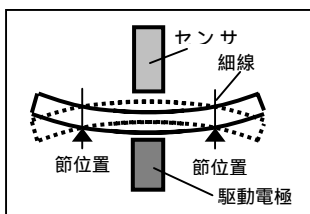


Fig.4-3- 静電駆動式

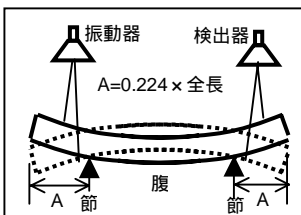
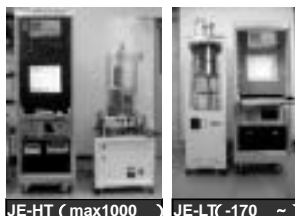


Fig.4-3- 吊り線駆動式

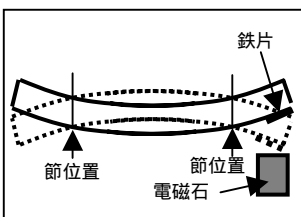


Fig.4-3- 電磁石式

測定のみ利用されてきましたが、現在では自由共振法でねじり振動を与えて剛性率の測定もできるようになっています。

剛性率測定も数種の加振方法がありますが、ヤング率と同様に弊社特許の静電駆動式が非接触測定なので最も高精度で汎用性の高い加振法です。(JGタイプ)

ヤング率や剛性率が精度よく測れるとポアソン比を算出できます。等方性材料のポアソン比はヤング率と剛性率とから次の式で求めます。

$$\mu = \frac{E}{2G} - 1$$

正確なポアソン比を求めるには正確なヤング率と剛性率求めることが必要になります。0.27のポアソン比になるには、 $E/2G = 1.27$ であり、この値の最上桁である1を引くのですから、わずかのEとGの誤差が効いてくることは理解できると思います。

最も正確なヤング率は前項の静電駆動式自由共振測定装置で求めることができますので、ポアソン比を計算するときの剛性率も自由共振式で求めたいものです。



安価にお求めいただけるように弊社のJシリーズではヤング率測定装置(JE-RT)に剛性率測定部(JG-Head)をオプションとして付加できるようにしています。

基礎物性として研究に常時必要なヤング率やポアソン比を手軽に精度よく測定できるJE-RT with JGは研究室に必需な装置といえます。

自由共振法は非常に高精度ですが欠点もあります。高温の測定では試料の内部の変化によって共振しにくくなり、かつ複雑な振動が多数発生し真の信号を判別したり、検出したりすることが困難になることがあります。

全く測定できないということではありませんが、最適な試料サイズを試行錯誤し、測定者は完全密着して数回測定を繰り返してデータを得るなど相当の熟練と知識が必要です。それでも、推定の振動を選び間違った測定結果をだすことがあり、注意を要します。自由共振法での高温測定データはそのような裏話が少なくありません。このような問題に対応したのが片持ち共振法です。

片持ち共振式測定

自由共振法は高精度で汎用性が高いのですが、薄い試料や組織が乱れてくると複雑な振動を生じ、基本振動の特定が困難な場合が出てきます。こういうときには振動の節を固定部で強制的に決める片持ち式(振動学では片持ち梁)が力を発揮します。

図は基本的な測定部の模式図で、弊社独自の静電駆動式で非接触駆動ですので誤差も非常に少なくなります。

この方式でも横振動だけでなく捻り振動も可能ですのでヤング率、剛性率の測定が可能で、薄板や細線測定に有効で弊社ではTシリーズとしてラインナップしています。

基本的には薄板でも基本振動が特定できれば試料固定部がないだけJシリーズの方が正確な固有振動が得られます。しかし複数の振動がでて決めづらい時に基本振動しか生じないTシリーズで測定し、そのヤング率に近いJシリーズでの振動数を用いて計算するこ

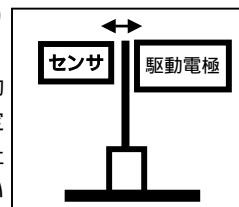


Fig.4-3- 片持ち式



とでより正確なヤング率を求めることができます。

この片持ち方式を発展的に開発したのが EG シリーズです。この装置は高温での組織の変化があり共振が難しくなりかつ複雑な振動を生じて間違っただ測定や測定が出来なくなることを解決することを目的として開発したものです。

この装置は片側を固定し、雑共振状態でも測定を可能にする為に試料の反対側に強力な加振治具を付加した構造にしたもので、特許を得ています。

基本的な構造模式図を図 14-2 に示します。複雑な振動模型ですので固有振動から弾性率を求める式は複雑で、試料の均熱を得る独自の超小型電気炉も特長の一つです。この装置の開発によって自由共振法で苦労していた高温測定を非常に容易にしました。

また自由共振法で測定する固有振動は数千 Hz となる試料でも、この装置では固有振動は数十 Hz と比較的静的測定法に近い速度になり、高温軟化時の緩和時間の影響を受けにくくなり、正しい軟化による強度変化を求めてくれる、というメリットもあります。

試料固定部がありますが、材料試験機の試料固定と違って共振法の場合は試料の固有振動で振動しているので強力な力がかかりませんので取り付け誤差は非常に小さくなります。

他の測定法のように全く間違っただ測定が無くなりますので非常に安心です。

試料固定による誤差は、EG シリーズに自由共振法のヘッド部をオプション付加することによって校正し、かつオペレータ間の取付ミスを防ぐなどに活用しています。

縦共振式測定

自由共振式は曲げ振動を利用しますが、縦共振式は圧縮、伸張を加振方向に行わせるもので、試料形状によっては非常に使いやすい場合があります。たとえば扁平な円柱や大型円柱などへの適用等があります。加振には圧電素子や空気振動などいろいろな方法があり、弊社では V E シリーズとして製品化しています。この装置の場合測定対象物に応じて加振方法や振動検出を選択する必要がありますので打合せによって決めています。

圧電駆動直方体共振式測定

直方体共振式とは 5mm 角程度の小さな直方体試料を測定するもので圧電共振式と電磁超音波共振式の 2 種類があります。

本装置の特長は異方性試料の代表である単結晶の、それも弾性定数(Cij)も求めることができることです。

圧電共振式は 5mm 角程度の試料の対角に加振用圧電素子と検

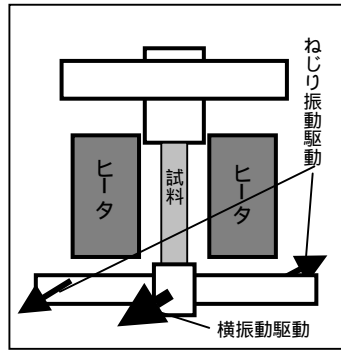


Fig.4-3- EG-HT 測定部



出用圧電素子ではさみ、一方の圧電素子を数百 KHz から数 MHz まで振動させ、試料内の結晶の各面に生じる多くの共振振動を検出します。その振動のプロファイルと各結晶面の相関関係を利用した逆解析共振周波数をマッチングさせることで各面の弾性定数を求めます。ただし、多結晶の場合はランダムな構造になっているので逆解析が複雑ですので結晶面が並んでいる単結晶を試料としています。

本装置は京大 旧小岩研(現 神大田中克志教授)のご指導により CC シリーズとして製品化し、低温から高温までの測定に対応しています。



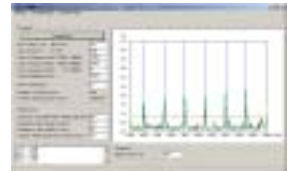
電磁超音波駆動直方体共振式

電磁超音波方式は阪大基礎工平尾研(荻博次先生)のご指導によって、CC シリーズとして開発、製品化したものです。

本装置は、加振法に電磁超音波共鳴法(EMAR= Electro-Magnetic Acoustic Resonance)を用い、超音波を試料内部に発生させるという画期的な方法です。この EMAR 法は磁石とコイルから構成した測定子を試料に近接し、磁石で試料に静磁場を掛けコイルに交流磁場を流すことによって試料内部の原子を振動させて音波を生じさせる方式です。CC シリーズと同様にコイルに流す周波数をスキャンして試料内部の共振周波数を検出します。

CC シリーズとの違いは、EMAR では振動方向を特定できるので多くの振動の中から呼吸振動(圧縮・伸張振動)とねじり振動の二つに特定できることで、逆解析が容易になり単結晶だけでなく多結晶の弾性定数(Cij)も測定できることです。

この EMAR 装置は非接触で超音波を発生、検出することが出来るので圧電素子型超音波装置と違って被験物の表面の錆など除去する必要がないので現場の配管や金属板の肉厚や板厚を簡便に測定するという方面にも使われています。



4-3-3. レーザー法

光共振法

共振法は音波領域、超音波はその上の周波数ですがレーザーは光の周波数で原子を振動させその速度を測って弾性率を求めるものです。

周波数が高いので微小部分の計測に向いており薄膜の測定にも適用されますが、光学系が複雑で大きいため設備原価で数億円程度となりますので、現在では研究所レベルで用いられている程度です。

熱弾性法

4-3-4. 強制振動式内部摩擦測定

固体物理の解明をするときに内部摩擦の分布を求めますが、共振法の場合、温度を変化させて測定します。

温度を変化させると試料内部に力学的変化以外の物性値も変化している可能性があります



すので、温度は固定して振動数を変えて測定できるとその影響はなくなり物性解析が容易になります。

そのための測定法がこの強制振動式(法)内部摩擦測定法であり、メカニカルスペクトロスコピー(Mechanical Spectroscopy)とされています。

この装置は共振を利用せず、強制的に試料に周波数変化する力を加えて応答するひずみの遅れを測定する位相差法(参照項目 3-4)を用います。

Fe 中に固溶している C(炭素)原子や N(窒素)原子の数 ppm の定量や固溶状態の変化を把握に使用されています。

試料が柔らかく変位も大きい高分子用は早くから用いられていますが、金属やセラミックスなどの微量変位(ひずみ)で微小内部摩擦測定用は弊社のみが MS シリーズとして開発しています。

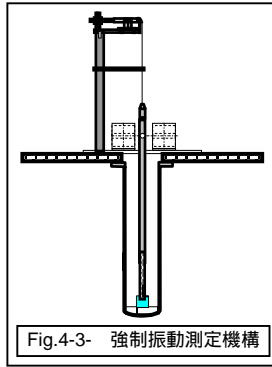


Fig.4-3- 強制振動測定機構

5. 測定の実際とデータ

本項では各測定条件別に概要と代表的な測定例を既述します。それぞれに特徴がありベストの測定をするには使い分けと組合せが必要です。どれかの装置がすべての性能をもっていればこの様な多種の装置は必要なくなりますが、残念ながらそうはいかないのが現実です。

学会や論文などに発表されたデータは、非常な熟練によって測定されたり、何度も繰り返し測定し信頼性を高めて発表されたりする機会が少なくありません。特に、新素材や新測定法、新測定装置などの場合は、測定者にとって苦勞の成果であることが少なくありません。測定結果を判定する場合にも、測定原理を熟知して物性との相互作用を理解しておくことも必要になります。そうでないとデジタルで表示された数字だけを鵜呑みにしては間違った評価をしてしまいかねません。

最近の弾性率測定では、異方性の試料が増えてきましたが、単純にヤング率といっても曲げ、伸び、圧縮などによっても値が異なり、動的測定法だけでなく静的な材料試験機の場合でも応力と歪みのはかり方、力の及ぼす方向などで値が異なってくることを考慮しておく必要があります。

以上のように他の測定法と値を評価する場合は単に値だけでは比較できないことになります。

測定した結果を参照する場合に過去の文献からの値を参照・確認することがあります。これが従来測定できなかった試料の測定結果を参照するときは、その測定方法や試料の作成条件などを加味した値であるかどうかを調べてからでないと、現在の測定方法の方が進んでいる場合もあり、参考にならない場合があります。文献値というのは数字だけが一人歩きがちですので注意を要します。

測定装置の校正と正確度の問題が議論されますが、装置に関していれば弾性率測定は固有振動数を共振で求めていますので装置でいけば周波数測定になります。ドリフトや安定性が問われるアナログ出力の変動は関係がないことと、目的の弾性率の有効桁数からみても現在の計測器の周波数発生や検出の精度や安定性は桁違いに優れており、装置からの誤差は実用的には皆無と見なせます。特に、JE、JG 方式の場合、試料セットによる誤差も他のどの方法に比べても微量です。測定結果に対して誤差として大きいのは、

試料形状、加工精度、寸法測定及び異方性の問題といえます。

操作上の問題も含めて、測定の基本値は、我田引水ながら JE-RT 及び JG-RT によるものであろうと考えています。

5-1 .温度条件測定

5-1-1 .常温測定

室温での一般的な板材や丸棒のヤング率や内部摩擦の測定で、最も能力を発揮するのは自由共振式、とりわけ弊社 JE、JG シリーズに用いている静電駆動式です。まず、精度が高い、試料サイズの幅が広い、試料セットや操作が簡単であるという「なんでもござれ」的な特長をもっています。制振材料を除いた一般的な金属やセラミックスの室温内部摩擦の測定や弾性率の差を論じる場合はこの装置がダントツで有利です。不利な点は内部摩擦が高い時には測定が難しくなることです。弊社の JE シリーズは、外観は変わりませんが、機能は日進月歩で進歩しており、 10^{-2} 位の測定を可能にしています。

5-1-2 .高温測定

高温測定装置には加振機構や振動検出機構など測定部の耐熱性が問題になります。装置だけでなくきちんとした測定データが採れるかどうか大きな問題です。高温測定でお奨めしている弊社の EG-HT は現時点では 1200 を最高測定温度としています。

まず測定機構の耐熱性が問題になりますが、図 に内部構造の変化が少ないと言われている高純度アルミナによる測定結果を示します。セラミックス高温内部摩擦測定 JIS 化の時のラウンドロビンテストの傾向と一致しています。

すでに述べてきたように高温測定では予測できない物性の変化がありますが、それらを確実に捉えることが大切です。

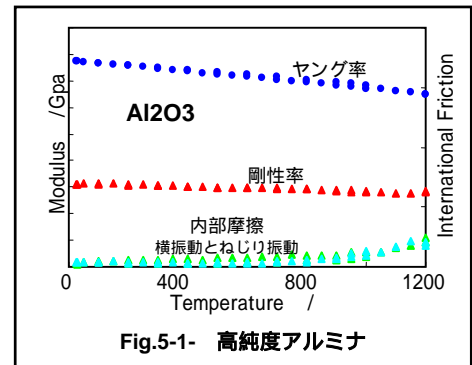


Fig.5-1- 高純度アルミナ

・自由共振法的高温測定：

図 はある金属の高温測定をしたもので EG-HT では 600 付近からヤング率の現象勾配が大きくなっていて内部摩擦も急激に増加しています。内部摩擦がピークを過ぎて減少し始めると徐々に弾性率の減少勾配も緩くなり始めています。

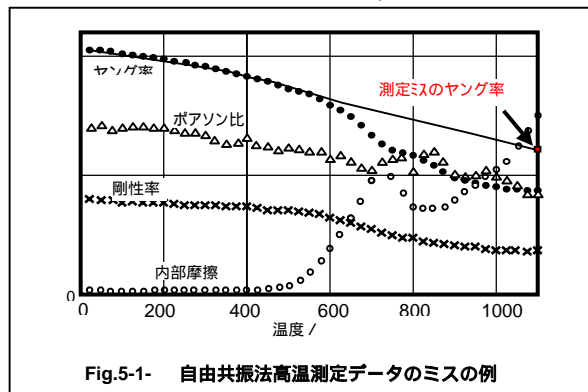
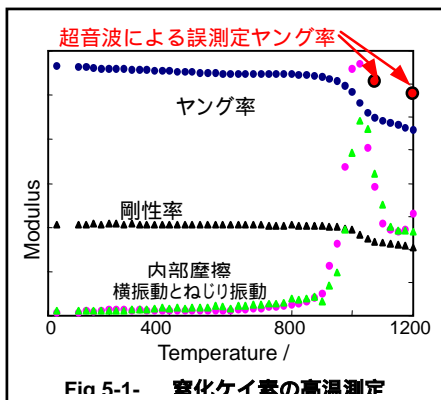


Fig.5-1- 自由共振法高温測定データのミス例

このような変化は変態などで見られる動きです。同じ試料をある公的機関が受託測定した高温データが 1100 における赤丸です。測定装置は吊り線駆動式の自由共振式装置です。



委託された材料研究者は 700 あたりでの物性変化(変態?)は既知でしたので、報告され測定結果に疑問を持たれて弊社にも確認測定の依頼があって違いが明確になったものです。

材料の内部構造が動き始めると振動を吸収して振動しにくくなり、内部摩擦は高くなってきます。同時に複雑な偽振動が生じてくるが多々あります。そうすると基本振動は弱くなり偽振動と混在してきて、基本振動の特定が難しくなると、それまで測定してきた低温部分のデータを参考にしてその延長上の振動を選んでしまいます。その結果図のように 1100 での赤丸のデータを特定されたものと思われる。

自由共振法は比較的低温領域では精度がよいので、高温も測定したくなりますが、その間に急な強度変化が起きていても気づかずに大きく異なる値を取ってしまうことになります。

超音波の高温測定

超音波の場合も材料が高温下で内部構造が変化すると音波の乱反射が生じます。検出された信号は乱反射信号となって明確にきめづらくなり、自由共振法と同じように外挿法による間違いも考えられます。

EG の場合は数十 Hz に対して超音波の場合には MHz を使用していますので 5 桁も周波数が高くなり高速で原子振動させていることになります。内部摩擦が高くなるということは粘性成分が増えていることなので、これだけ差があるとひずみ速度(周波数)依存性による影響は歴然としててできます。

図 4-4-2 はそのひずみ速度依存性による測定誤差と思われる測定結果です。EG-HT の測定ではヤング率は 900 あたりから減少勾配が大きくなっていますが、超音波測定の 2 点は遅れて検出しています。2 点の勾配も EG-HT で測定した勾配より緩やかということもあって粘性の影響による変化と思われる。

このように高温軟化温度が超音波で 100-200 高く出ているデータがありますが、工業的には問題があります。

弊社の EG シリーズは

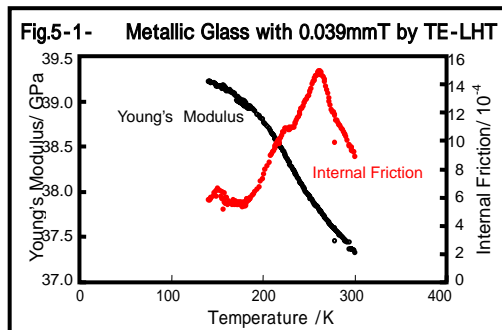
- a . 低周波の振動であるので粘性に追従してきちんとした弾性率の評価ができる。
 - b . 加振力が強力なので難共振材の共振が可能
 - c . 試料固定方法が偽振動の発生を抑えている
- という大きな特徴を持っていて、特に問題が生じやすい高温測定において非常に安定した測定の出来る装置です。

5-1-3 .低温測定

一般的に低温では材料組織の大きな変化は少ないので精度の点か

らも自由共振式がお勧めです。しかし零下領域でも変態の起きるものもありますので片持ち法の EG-LT が必要なときもあります。低温測定では試料をセットして低温に下げたとき、測定部のガスや空気などに含まれる成分が露となって試料や測定部に付着することに注意を払う必要があります。

測定例として金属ガラスの箔の測定例を図 に示しますが、この場合は 弊社の TE-LHT を使用しています。



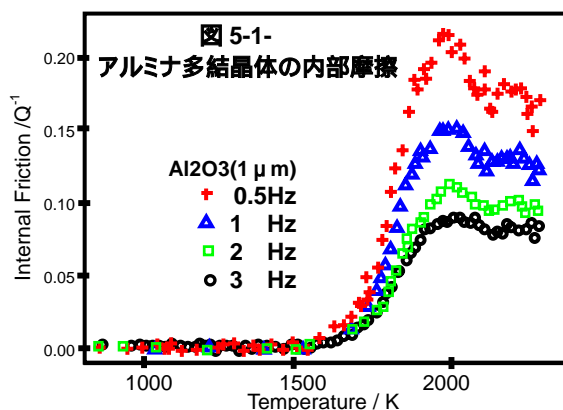
5-1-4 .超高温測定

1000 を超える超高温測定では、測定治具として使用する材料が極端に少なくなります。そのため超高温測定装置を開発するのは至難な仕事です。

1500 までの測定可能な超高温測定装置と時々海外で競合しますが、カタログ記載のジルコニアの高温測定データでは 1000 以下でもできるべきピークがでてなく、測定装置ではなくて電気炉購入、となりそうなものでした。

1200 を超える超高温測定に関する世界的にトップであるのは、前京都工芸繊維大学(元阪大、産研)の太田健一(旧姓松下)先生です。太田先生は逆吊り片持ち共振法の装置を用いて 2000 を超える温度領域でのセラミックスの物性を研究されてきました。

そのデータの一例を図 に示します。



これはアルミナのひずみ速度(周波数)依存性も測定しており、粒成長のプロセスと説明されています。

また、現職訪東京理科大の西山勝廣先生も基本的には同様の構造と電気炉構成で超高温内部摩擦測定装置を学内開発されています。

いずれも逆吊り捻り振動方式のみの測定で、試料固定部を炉外にしているので試料に温度分布があるので弾性率の変化は単に周波数変化としてモニタリングデータ(図には記載ありません)として用いられています。

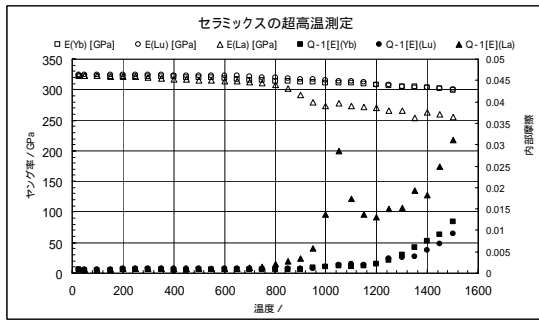
弊社でも EG-HT を同様の測定、加熱機構にして超高温測定を行

っていますが、この場合 EG-HT の電気炉を 1500 対応の UHT 炉に交換するだけです。

EG-HT の特長は電気炉にもあって、1200 測定でも 100V10A 程度で 1500 測定でも商用 100V のコンセントを使用することができます。

EG-UHT での 1200 をこえる超高温領域の測定の例を示します。

このデータは、物質・材料研究機構の西村様が測定され、2002 年春のセラミックス年会で発表されたものです。



以上のデータはいずれも片持ち方式での測定ですが、この温度領域を自由共振法で測定、発表しているデータがあります。繰り返しになりますが、自由共振式での測定の場合、試料形状を試行錯誤し、かつ熟練者が測定を繰り返し行って、材料物性を考慮しながら採取したデータがほとんどであり、測定は容易ではありません。特性の不明な材料の場合、自由共振法での測定では大きな危険を含むことになりますが、片持ち法では大きな危険がなくなり、操作は格段に容易になります。

5-2 .力学・組織特性測定

5-2-1 .変態・構造の変化

変態の最も判りやすい例は氷、水、水蒸気であり、このように同一物質なのに構造が変化することを変態といえます。ある物質では同じ固体状態でも温度を変えると原子組成の構造が変わるものがあります。変態中は原子が移動中ですから内部摩擦は高くなり、だんだん次の構造に落ち着いて来るに従って内部摩擦は減少してきます。このような例が次の図です。これはステンレス系の合金のマルテンサイト変態と聞いています。

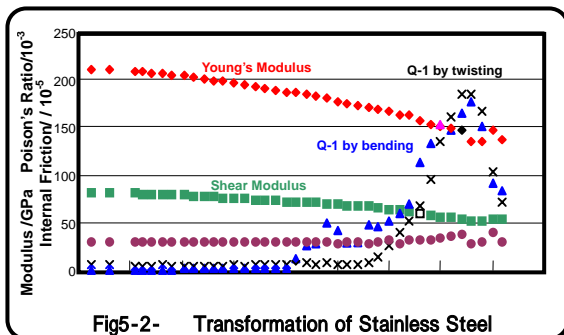


Fig5-2- Transformation of Stainless Steel

内部摩擦のピーク付近ではヤング率や剛性率が一時ダウンした構造が安定するにつれて少し上昇している様子がわかりと思います。自由共振法では不可能なこのような急激な変化も EG-HT は自動で測定できるのです。

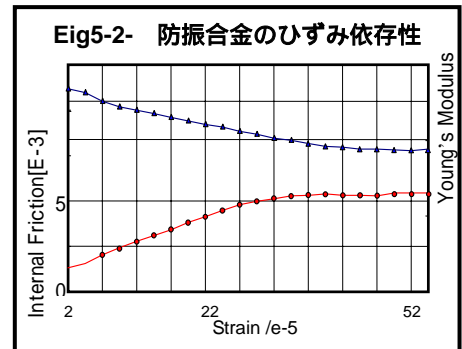
5-2-2 .難共振材・制振材料

かって振動を抑えるには金属板に樹脂板を貼り付けた物が主流でした。しかし、エンジンなどの高温下で使用する物やハードディスクの回転部のような小物では材料そのものの振動を抑える必要があります。振動を抑えるには振動エネルギーを吸収する機構を材料に導入することになります。一般的には転位や空孔などの欠陥をつくることにはなりますが、同時に強度の確保も必要になります。このような制振性能を評価するのに内部摩擦(減衰率、減衰性能)が用いられます。材料の制振性は、振動数(周波数)や歪みの大きさによって効果が異なってきますので、目的にあった条件下で測定する必要があります。同時に制振材料は難振動材ですから加振力の強い機構も要求されます。いろいろな装置ではこのような条件下での測定ができるものとできないものがあります。このような条件下での測定ができるのは弊社の EG シリーズになります。

5-2-3 .歪み依存性

内部摩擦を生じる機構のうち転位などはひずみが大きくなるとピン止めが外れて様子が変わります。制振材料などには転位を入れて内部摩擦を増やすこともありますが、このような場合はどの程度のひずみで制振効果が高いかなどを知りたくになります。

その他ひずみ依存性を測定しその変化によって物性を推し量ることもあります。



Eig5-2- 防振合金のひずみ依存性

歪み(振幅)依存性の測定できる装置は、変位やレスポンスの問題などから数種に限られています。

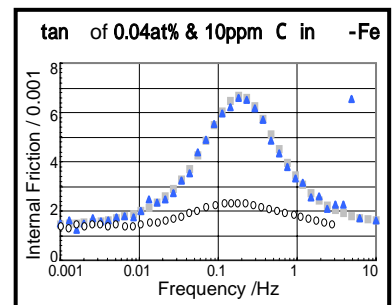
大きな歪みを与える方法も限られています。

弊社の EG シリーズは、その数少ない装置の一つです。

5-2-4 .歪み速度依存性(周波数依存性)

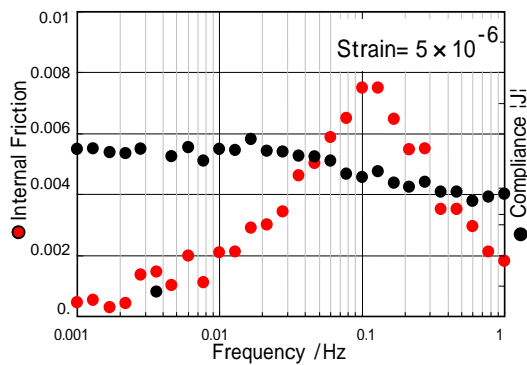
歪み速度依存性(周波数依存性)の測定といえば、一定温度で測定する強制振動型内部摩擦測定装置があります。代表的な測定データを図に示します。(MSシリーズ)

これは BCC 型構造で



ある -Fe に C (炭素) が進入(溶質)したもので、図のように Fe 原子の構造の中に無理やり C がもぐり込んでいる状態です。この状態で振動数を変えていくと、0.2Hz 付近で最も C 原子が動きやすくなり、拡散していると言われています。このときの、内部摩擦(Q⁻¹)の値は C の含有量に比例しており、実験的に 1 wt% あたり内部摩擦はおおよそ 10⁻⁴(金属 1998-11 p.5) と求められています。

下図は強制振動法による測定で、内部摩擦がメインとし、弾性率の変化コンプライアンスも測定したデータです。



粘性によってもひずみ速度の影響が出てきます。

物質の構造に結晶性が高いと弾性がほとんどで、粘性が少ないので、歪み速度による違いは出てきませんが、高温軟化や高分子など結晶性が小さくなってくると粘性成分が多くなり、緩和時間が長くなります。このような材料に対して、原子を高速で動かそうとする時、その加振の速さに原子が追従できずに硬いもの(弾性率の高いもの)として測定してしまうことがあります。

たとえば空気中を歩いていると空気抵抗はあまり感じませんが、走ると抵抗を感じるのと同じ現象です。

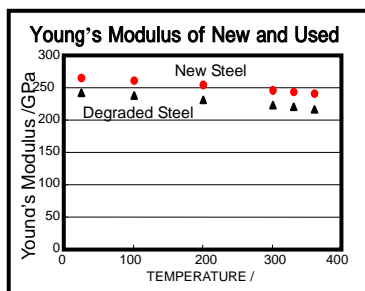
ですから材料試験機の加振の速さ、片持ち共振法による速さ(Hz)、自由共振法(による速さ(kHz)、超高温による速さ(MHz)・・・と大まかにいえば3桁程度づつ周波数が違いますので、図に示すように高温時のように粘性が高くなると注意する必要があります。

耐熱材として使われる煉瓦やセラミックスなど超音波などの高周波測定では高温での軟化状態が実際より高い温度として測定される、ということには注意が必要です。(図参照)

測定値を見るときにそういう点でも注意が必要ですし、逆にいえば周波数の違いによる測定結果の違いから原子の緩和機構などの物性を解明する事にも活用できます。

5-2-5 経時変化測定(疲労、時効)

図は使用前後のスチールのヤング率の差を測定したものです。温度変化もいつ用ですが室温比較だけでも調べておく価値はありそうです。



また共振法を利用して売り返し繰り返し振幅による弾性率と内部摩擦を測定し、微小な欠陥の生成状況を見ることも出来ます。

共振法は一定の振動数で振動を与えます。すなわち振動回数は振動数に時間をかけると計算できます。一定歪みにコントロールしながら、一定時間ごとに弾性率や内部摩擦を測定することによって、振動回数と内部構造の変化を見ることが出来ます。内部摩擦の変化は内部構造の変化に非常に敏感ですから、わずかな変化から検出できます。

5-2-6 異方性材料の測定

概説

近年、異方性材料の測定が増えてきました。それに、測定装置の精度向上に伴い、従来は等方性(均一)と見られていた一般的な市販材料に異方性があることが見つかってきたのです。それに動的測定法で正確な剛性率を測定できるようになって、ポアソン比を算出した場合に異常と思われる値が出るようになってきたことも要因の一つです。

異種材料が層状の場合は、個別の材料の値を用いて体積比で計算されていますが、横振動法によるヤング率とはほぼ合っているようです。

薄膜のヤング率や内部摩擦を測定する場合に、できるだけピュアな材料を用いた基板に薄膜を構成して測定し、前もって測っていた基板の値と複合則を用いて薄膜のヤング率や内部摩擦を計算しているようです。いずれにしても、基板に比べて薄膜の体積比をできるだけ大きくすることが薄膜の測定精度を上げることになります。

異方材のポアソン比をヤング率と剛性率から算出するときは捻り振動による剛性率の測定では試料の剪断方向が力学的に一致しているかどうかを見極める必要があります。

最近、金属などの粒子に樹脂などがコーティングされ、それを固めたような材料などの測定をする場合もありますが、この場合圧縮と曲げや引っ張りでは値が違ふことがあります(実は同じなんです)。曲げや引っ張りでは樹脂の部分が大きく影響して小さなヤング率を示し、圧縮では粒子が影響して大きな値を示すということです。実は圧縮でほんの初期だけ樹脂によるつぶれ部分があるんですが、注意して測定しないとこの部分は見えない場合があるからです。このように異方材のヤング率や剛性率は力のかけ方によって値が異なる場合が出てきます。

まさにランダムな異種混合材を静的に測るときでも、歪みゲージの貼る場所によっては歪みが違いますので全体の値を示しているとはいえなくなってしまいます。

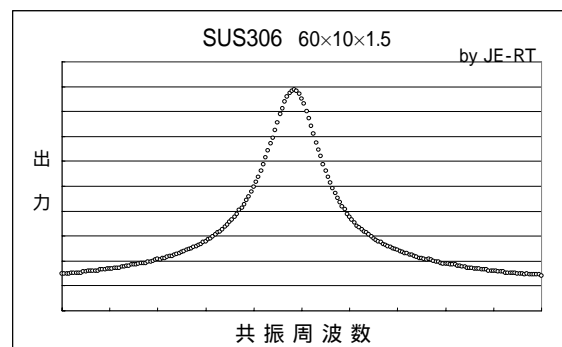
これから、異方性材料の測定は増えてくると思いますが、おもしろくもあり、大変でもあります。

5-3 外形形状

本項については基本的に共振法の場合を中心に記載します。

5-3-1 矩形板測定

断面が正方形もしくは長方形の場合の測定は一般的ですので特記事項はありません。弊社の室温専用機での試料セットは試料を細線の上に置くだけで非常に簡単です。計算式では断面形状の幅と厚みの比(アスペクト比)によって振動が変わりますので補正式が必要です。



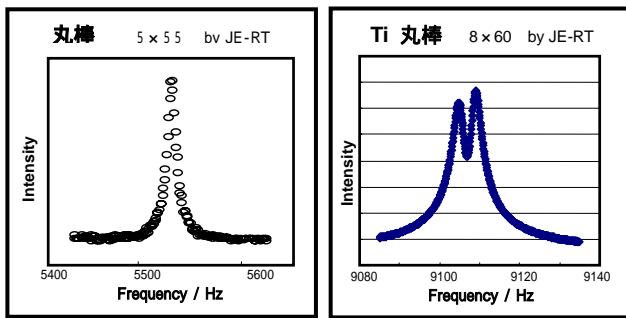
剛性率測定ができる機種は J G、E G、T G です。剛性率測定には捻り振動を行いますから、板幅が 10mm 程度は欲しいところですが、狭い試料の場合も測定は可能ですので弊社にお問い合わせください

5-3-2 丸棒、細線の測定

丸棒のヤング率や内部摩擦測定も J E で行えます。EG もオプション治具を使用すると測定できるようになります。

丸棒、細線の断面は基本的には円形ですが、加工精度によって少し楕円形状になると図のように近傍にピークがふたつ現れる場合があります。一般的には直径を平均値にとり、共振周波数も中間の平均値を取ることになりますが、ピークの大きさが異なるときはその比で配分するのが適切かと思われます。平均の直径を使用して両方のピークでヤング率を計算して誤差を確認して必要制度内かどうかをご確認ください。高精度なデータが必要な場合は、試料の再加工をすることになるかと思えます。

時々右のグラフのようにピークが二つ現れるときがあります。これは丸棒の断面が少し楕円状になっている場合です。ヤング率の計算では共振周波数、直径も平均値を用います。このようなピークの分離を利用して真円度をチェックすることに活用できます。



5-3-3 角柱の測定

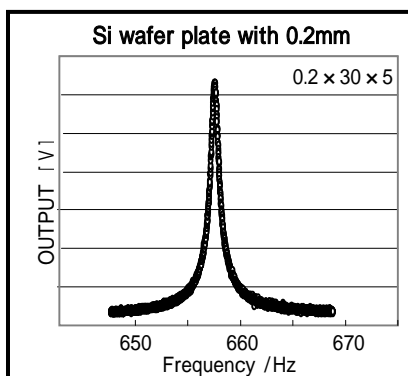
正四角柱の場合も丸棒と同様のことがいえます。円柱の場合は楕円形状の場合はピーク毎の計算はできませんが、角柱の場合は各ピークと厚み、幅の数値を入れ替えて計算し、ヤング率の一致を確認することが出来ます。

5-3-4 薄板・細線測定

薄板・細線

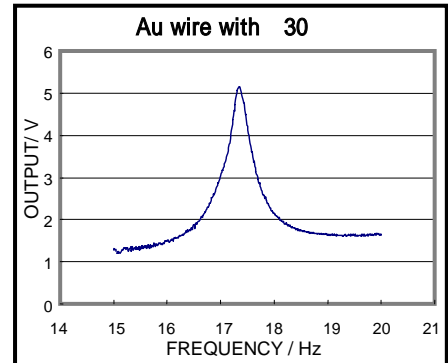
薄板、細線の測定の場合、自由共振法では純粋な振動が得にくくなります。薄板や細線はコシが弱いので、共振だけでなく強制振動が加わりやすいのが原因です。そこで振動の節を強制的につくりだす片持ち法(TE シリーズ)をお薦めしています。

J シリーズの仕様では厚み 1mm 以上としています。試料の弾性(コシ)によって 1mm 以下のものでも測定できます。コシのある材料であれば、自由共振法の



JE 方式(吊り線駆動式では無理です)なら測定はできます。その例として 200 μ 厚の Si ウエハーのスキャンプロファイルを示します。試料にコシが無くなると J シリーズでは複数の振動数がでてきますが、どれが基本振動が特定できれば T シリーズより正確です。そこで高精度の測定をする場合は基本振動しかでない T シリーズで弾性率を求め、

その弾性率に最も近い J シリーズでの振動数を用いて弾性率を求める、という方法があります。薄板や細線は、相対的に誤差が大きくなりますから寸法測定に注意が必要です。



図に直径 30 μm の金ワイヤのスキャンプロファイルを示します。

薄膜

厚みが nm レベルなどの μm 程度以下の薄膜の弾性率や内部摩擦の測定方法として

- a. 片持ち(カンチレバー)共振方式
- b. 熱弾性伝播方式
- c. ナノインデンタータ方式

の 3 方式が考えられます。

片持ち方式は振動の基準となる薄板上に薄膜を塗布して弾性率の複合則で算出する方法で、筑波大学の旧水林研で積極的に行われていますが、基板の物性や厚み、薄膜との相性など条件が厳しいのが実情です。

もともと基板上に付着した薄膜の測定の場合も複合則を利用しますが、基板そのものも別に測定する必要があり、基板と薄膜との厚みの比が大きいなど測定には困難が伴います。

熱弾性波伝播方式はレーザー等で薄膜表面に熱弾性を生じさせ、その伝播速度から弾性率を求める、という方法は阪大基礎工平尾・荻研究室で行われていますが、装置が膨大かつ高価であり、高度な測定技術が必要ですので一般的ではありません。

これに対してナノインデンタータ方式では比較的安価で操作も容易ですが応力分布、ひずみ分布が複雑で薄膜に押し込んだときに基板の影響が少なくないなど問題も少なくなく、解析方法が議論されているところです。

基板上の薄膜のヤング率を測る場合に

1. 基板と一緒に共振法や引張り法で測る
2. 薄膜を伝搬する音速を測る
3. 基板の上の薄膜に圧縮応力をかけて、歪みを測る

という方法が考えられます。

以上のように薄膜測定、特に基板上的のミクロン以下の測定ではいまだに手頃な市販装置はほとんどありません。

弊社では現時点では共振法による複合則利用による測定ですが、大学の関係研究室と折衝しながら社内的にもいろいろな方法を模索して開発にトライしているところです。

5-3-5 大型試料

5-3-6 試料の加工

寸法精度の求め方

通常の金属ですと共振周波数の精度は0.01%位ですから、装置上での誤差は非常に小さいと言えます。

ただ、弾性率を計算する上で定数として試料寸法、重量を使用しますが、その精度の方が弾性率の精度には影響が大きいです。

表面粗さや平行度などの差による値の違いは、絶対値によっても違ってきますので一概に数字としてお出しすることが出来ません。そこで弾性率の計算式を添付資料でお渡ししますので粗さや平行度などの最大、最小値を代入してご試算していただけないでしょうか。

最初に概略の寸法、重量、弾性率を入れておおよその周波数を求めてください。100Hz単位くらいでOKです。

その周波数を使用して誤差を求める数値を最大、最小値、平均値などをいれて、計算結果の弾性率の差を求めてください。

その結果でご要望の精度に対する加工精度をお求めください。

5-4 試料材質による測定

5-4-1 金属

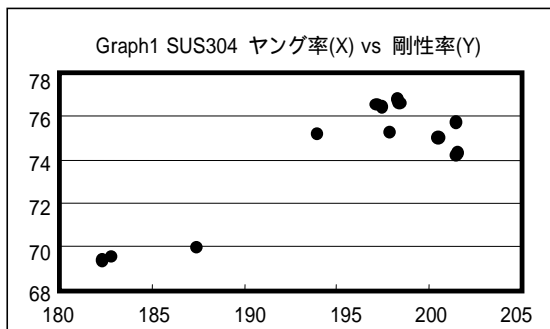
金属の弾性率測定や内部摩擦測定は多岐にわたり多くの実績がありますので簡単にしておきます。

ステンレス SUS304

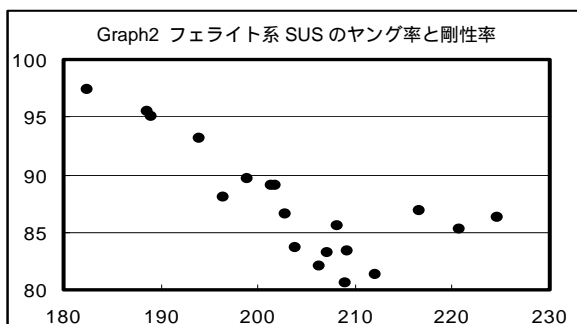
標準的な試料としてステンレス(SUS)板材でのスキャンプロファイルを下記に示します。SUSはJISで規定されていて、同じ値を示すと思いがちですが、成分の幅や圧延方向などJIS規定にない部分による物性の違いがあり弾性率や内部摩擦は数%以上の違いがあり、微妙な使い方をする場合はその材料を測定し、確認する

弊社で受託測定したSUS304の室温ヤング率と剛性率の関係を図に示します。SUSはJISに規定された製品ですがこのように幅広い力学特性を持っています。JISでは成分と含有量の範囲、そして表面処理だけで力学特性は規定されていません。

含有量の範囲もCrが18~20%、Niでも8~10.5%と幅がありますので組織上の問題があるのか、材料内に転位などの欠陥の量が違うということも考えられます。JIS製品であっても精密な設計には採用するSUSの特性を測定する必要があります。



またフェライト系ステンレスのデータも参考に示しておきます。



薄板と圧延

金属薄板の製作方法はいくつかあるかと思いますが、冷間圧延で作る場合を考えると、薄くする段階で結晶の特定配向性ができたり、転位が入るなど組織が変化することは充分考えられます。その結果圧延方向と幅方向は異方性が生じ、当然ヤング率などの強度の違いが生じていることが考えられ、材料毎に違いはあるかと思いますが、L方向(縦方向)とT方向(横方向)とで5~10%程度の差があるようです。

5-4-2 セラミックス・煉瓦・コンクリート

セラミックスにおいては未だ活用の端緒にあるという状態です。

委託測定で弾性入り通夜内部摩擦を測定してみると安定したセラミックスがある反面、予想もしていなかった大きな強度変化や内部摩擦の動きがあり今後の品質向上への示唆を与えてくれます。その他、実用化には脆性を中心として問題が少なくなさそうですが、計測という観点からお手伝いができそうな課題が見えてきます。

弊社でも装置のより高温測定化を目指してセラミックスの採用を検討テストしていますが、いまだに安定して使用するところまで至っていません。一般的にセラミックスは耐熱性が高い、と言われていますが、一部のものを除くと意外と熱的にもろさを感じます。

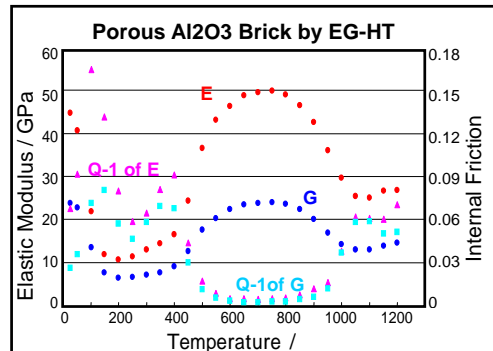
たとえば耐熱煉瓦と言われているアルミナ系多孔質煉瓦の高温測定をしてみますと図のようにヤング率や剛性率が異常なほど大きく変化し、それに伴って内部摩擦も的確に反応しています。

同時に測定した内部摩擦も弾性率の変化に応じて大きく変化しています。その変化も付近と付近では様子が異なります。ということはそれぞれの温度における熱による構造変化は異なったものと推定されます。

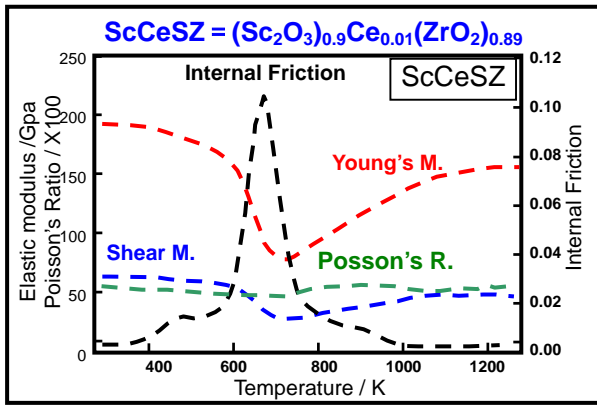
たとえばこのデータから推察できることはヤング率Eと剛性率Gと同じような変化をしていて、両者の内部摩擦も同じ変化なのでヤング率(E)と横振動の内部摩擦(Q-1 of E)のデータでみると、まず室温からヤング率は減少し内部摩擦は上昇しています。ここでは材料内部の組織が変化しており200あたりでヤング率が上昇に移り450からきゅうんあ上昇に転じています。同時に内部摩擦はすごく小さくなり結合力が強くなっていることを示しています。

また800あたりから弾性率が減少し始めて内部摩擦が上昇し始めていることは組織が動いていることを示しています。

このデータからだけではこの組織、構造の変化の原因は確定できませんが、セラミックスではバインダーと粒界の関係が影響しているのではないかと推定できます。そうであればいかにしてバインダーの焼成を効果的にするか、という課題が見えてきます。



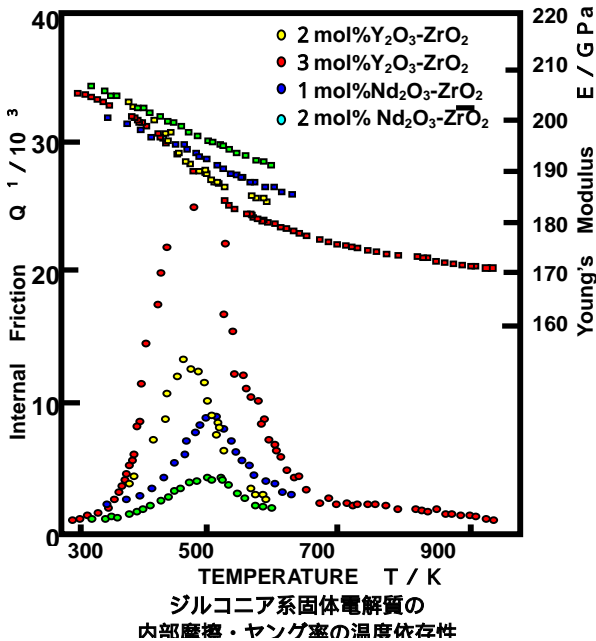
このような事例として固体酸化物型燃料電池(SOFC)に用いられているセラミックスにも見られます。



この原因は相変態ではないかと言われてはいますが、SOFC(固体酸化物型燃料電池)は実用化レベルにきていながらも、いまだに発電効率や機械的強度など解決すべき問題は少なくありません。このような異常に大きな弾性率(強度)変化をいかにして押さえるかは大きな課題のひとつでしょう。電解質は水素環境下で使用されます。水素は原子サイズが小さいのでいろいろな物質に侵入し、材料を脆化させるなどいろいろな影響をもたらします。特に高温下で使用する燃料電池ではよりその動きを知る必要があります。

内部摩擦は原子の侵入や脆化状態を検出する有力な測定手段です。弊社では水素環境下で測定する装置も開発し、納入しています。

一般的に、イオン結合が多いセラミックスの場合にはイオン空孔が形成されますが、この空孔を介した各種イオンの拡散も多くあります。その例としてジルコニアにドーパントの種類や量を変えたときの例を図に示します。



以上のようにセラミックス材料はその結晶構造の種類の多さから、何が現れるか未知の部分も多くあります。

内部摩擦と弾性率の変化を温度、ひずみ量、ひずみ速度などの条件下で同時に測ることはセラミックスの製造工程や限界使用温度、

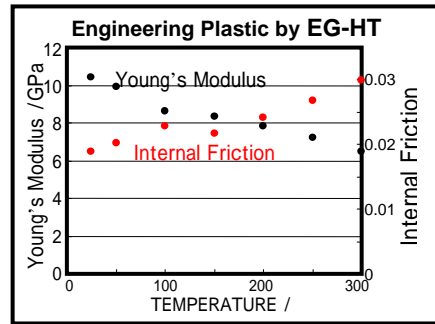
特異な物性の有無などを素早く検出し、セラミックスの性質の全体像を素早く解析する手段としては非常に有力な方法です。

機械的強度と伝導効率を同時に測定できる共振式弾性率及び内部摩擦測定装置はセラミックス電解質の最先端開発、研究にお役に立ちます。

5-4-3 高分子、樹脂、プラスチック

弊社の装置自由共振法の JE, JG シリーズや高温測定用の EG シリーズなど金属やセラミックスと同様に高分子や樹脂関係にも十分に適用し、活躍しています。

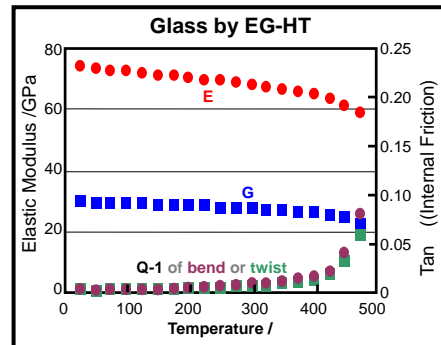
EG-HT によるプラスチックのヤング率とタンデル(tan δ = 内部摩擦)の 300 迄の測定例を示します。



高分子やプラスチックなど結晶性の低いものは周波数依存性(ひずみ速度依存性、分散)がありますが、共振法でも EG シリーズで測定すると 10Hz 位での測定ができますので静的測定に近い値となります。また自由共振法ではかると数百~千 Hz 位の周波数を使用しますので、分散の解析にも利用できます。

5-4-4 . ガラス

図はガラスの高温測定の場合です。軟化始まったところまで測定していますが、内部摩擦が高い試料ですがきれいに測定できています。



5-5. 品質管理への応用

ヤング率やポアソン比といえば材料や物性研究者にとってベースになる物性値です。同時測定できる内部摩擦(減衰率)も材料の物理物性解析に非常に有用です。

弊社では自由共振式、片持ち法、また静電駆動法や打撃法そして圧電素子駆動法などありとあらゆる手法で固有振動を求め、弾性率や内部摩擦、信号減衰などを測定しています。

それぞれの手法はそれぞれに精度、使いやすさ、対称測定物などに適性と特長がありますが、弊社ならではのアプリケーションを用意できます。

例えば一例として下記のような現場使用の品質管理など測定目的に応じた測定法、測定装置を開発しています。

陶器や煉瓦など緻密度のむらやひび、サイズ検査に

はくり検出 コンクリートやタイル等の剥離検査、ベテランの経験者初心者に

熱処理条件の確認 焼成後高温における強度変化や構造変化の検出

棒の真円度の検査 真円度が必要な丸棒断面形状の高感度検査

角棒、三角柱の加工精度の検査 角棒の場合でも、必要な断面形状の違いの検査

大型円柱の緻密度の検査 製造上、部分的に緻密さの差が生じやすい大型品の部分的な粗密差の検査

その他いろいろな製造に於ける検査器を製作致します。

ークの減衰から減衰率(内部摩擦)を求めます。

6. その他の装置

6-1. 電磁超音波共鳴式金属肉厚測定装置

電磁超音波(EMAT=Electro-Magnetic Acoustic Transducer) というのは被験試料である金属中の原子や磁歪などに静磁場と動磁場によって応力を発生させ、それを振動させることによって試料内に超音波を発生させるものです。

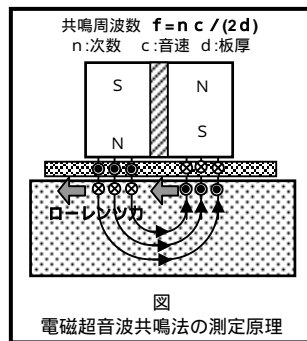
電磁超音波共鳴(EMAR=Electro-Magnetic Acoustic Resonance)はその超音波を試料の界面を利用して共鳴状態を作り出すものです。超音波を圧電素子などで発生させ資料中に導入する方式でなく、試料内部に発生させその変化を非接触で検出する方法なので純粋な物性情報として超音波を計測できますので、新しい応用が期待されています。

EMAR は、金属の厚み(肉厚)や応力、内部摩擦、材料劣化、弾性定数などの測定にも利用可能です(大阪大学 平尾研究室)。

従来の市販品は大型で高価ですが、弊社では独自の技術でパソコンも内蔵した上で大幅な小型化によるポータブル化を実現し、プラント配管の肉厚の表面処理不要の現場測定を可能にした装置EMシリーズを開発しました。

安価で小型でありながら従来の海外製品と同等の性能を持っています。

EMAR 右の画面では左側に条件設定部分と右に測定した結果の共振スペクトラムを示しています。各ピークがn次の共振周波数でそれぞれの周波数から肉厚を計算し、各ビ



7. 参考事項と総括

7-1 .JIS (日本工業規格と) ASTM

弾性率測定に関する JIS は、

- Z2241 金属材料の引っ張り試験方法(1993)
- Z2248 金属材料の曲げ試験方法(1975,1988 改訂)
- Z2280 金属材料の高温ヤング率試験方法(1993)
- R1601 ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法(1981)
- R1606 ファインセラミックスの室温及び高温引張強さ試験方法(1990)
- R1608 ファインセラミックスの圧縮強さ試験方法(1990)
- R1602 ファインセラミックスの弾性率試験方法(1986,1992 改訂)

R1605 ファインセラミックスの高温弾性率試験方法(1989)

内部摩擦測定については金属、鉄鋼関係で古くから行われ、数多くの実績を残してきていますが、JIS は工業的側面の大きい制振鋼板についてのみ定められていて、ファインセラミックスに関しては、2002 年に発布された。当然の事ながら"物理計測"の面からは JIS はありません。

- JISG0602 制振鋼板の振動減衰特性試験方法(1993)
- JISR1642 ファインセラミックスの高温内部摩擦試験方法
 - 1 第一部：捻り振り子式(2002)
 - 2 第二部：曲げ共振法(2002)

超音波の減衰を用いた方法も検討委員会でラウンド試験が行われたが、その結果採択はされなかった。また材料の業界毎に JIS 化の検討が行われますが、他の材質についても基本的には適用できません。また、JIS 化に明記されているとしても原理的に不都合なものもあり、適用されて無くてはより原理的にも遜色ないかそれ以上のものがあります。

7-2 .学会

下記の学会は弾性率と内部摩擦測定を専門とした国際会議で、4 年ごとに各国持ち回りで開催されています。

I C I F M S (International Conference of Internal Friction and Mechanical Spectroscopy)

この学会はかつて

「Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids」
と証されていましたが、2000 年の京都開催時から名称が変更になっています。
今年の 7 月にスイスのローザンヌで開催され、次回は中国開催が予定されています。

7-3 .参考資料と引用文献

弾性率と内部摩擦全般のもの

- 「結晶評価技術ハンドブック」の力学的性質の項 小岩昌弘著 朝倉書店
- 「弾性・非弾性」 比企能夫著 共立出版
- 「An-elastic Relaxation in Crystalline Solids」 Nowtek & Berry 著
- 「金属材料の弾性係数」 日本機械学会
- 「Theory of Elasticity」 Timoshenko & Goodier
- 「The Mathematical Theory of Elasticity」 Love

7-4 .NTP たより

本概説はある程度まとまった時点で追補しています。

そのまゝに、速報と詳報として随時「NTP 便り」をお送りしています。送付方法は電子メールで pdf ファイル A4 1 ページです。ご希望の方は、ntp@nihon-tp.com 宛にメールいただきますとリストに記載し次回からお送りします。弊社は技術者だけの会社で営業担当がいません。お問い合わせ以外に営業が訪問することもありません。

下記に最近の NTP 便りの一覧を示し、次ページにご参考としての 1 枚を載せておきます。

内部摩擦測定の流れ

弾性率の超高温測定 - 最近の問題と開発の現状 -
最近の内部摩擦研究 内部摩擦の国際会議から 0707
電磁超音波共鳴肉厚計 現場で使用可能なポータブル型
内部摩擦測定法 半価幅法と減衰法、位相差法の相関
自由共振法の比較：吊り線駆動式と静電駆動式
内部摩擦と転位 転位と G-L モデル
内部摩擦と活性化エネルギー (求め方)
内部摩擦と結晶粒界 力学モデルと文献紹介
片持共振法の特長と応用
片持方式の特徴 多項目で安心高温測定、歪み依存性の測定
弾性率測定装置の現状 形状、精度、高温 9910

7-5 .改訂とお願い

目先の仕事の合間にまとめていますので、遅々としており、項目だけで内容が記載されていないところも少なくありません。

弊社は、単なる装置提供というだけでなく、測定それも新しい難しい物性測定という観点からハードの構築や改良を進めています。EG 方式だけでなく、自由共振法の良さなど各機種ごとの特徴を極め、最大限活かしていただくよう努めています。

常に、専門的測定法や装置の開発、測定がうまれ、同時に従来見えていなかった物性情報や理論解析などもシンポジウムや学会などで発表されます。今後もそれに併せて内容の改訂や補追を行う予定をしています。お読みいただいて、意味不明のところや疑問点、間違っているのでは？(これは大問題ですが・・・)などあれば、遠慮無くお問い合わせやご指摘、ご連絡をいただくと助かります。

できるだけメールでお願いします。その都度お応えさせていただくと同時に、順次改訂版としていきます。

若干弊社の宣伝も入りますが、我田引水にならないように心がけていきたいと思っています。そして、入門時点での弾性率や内部摩擦測定に関する参考としてご利用いただきますとこれにまさる光栄はありません。

順次、追補しますが、詳細と速報は「NTP 便り」で行っています。

(児玉 功)