塑性予ひずみを与えた Al_3Ni ウィスカ/Al 系 複合材料中の格子ひずみの中性子回折による測定

王 開疆^{*†} 若島健司^{*} 小野正義^{**}

^{*}東京工業大学精密工学研究所

^{**}京都大学原子炉実験所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 59, No. 5 (1995), pp. 525-531

Lattice Strain Measurement of Plastically Prestrained Al_3Ni Whisker/Al Matrix Composites by Neutron Diffraction

Kai-Jiang Wang^{*}, Kenji Wakashima^{*} and Masayoshi Ono^{**}

^{*}Precision and Intelligence Laboratory, Tokyo Institute of Technology, Yokohama

^{**}Research Reactor Institute, Kyoto University, Osaka

The time-of-flight (TOF) analysis method in neutron diffraction has been applied to the study of residual stress states associated with the mechanisms of back-stress hardening and diffusional recovery in a short fiber-reinforced metal matrix composite. The composite examined was an experimental model system, Al_3Ni whisker-reinforced aluminum, produced by directional solidification of the Al-6.2 mass%Ni eutectic alloy. It was cold-swaged and then annealed, so that very long (essentially continuous) whiskers changed into short fiber morphologies. Incremental strain amplitude tension-compression tests were carried out at room temperature and 500°C up to the total strain of 0.3% with final unloading from the tension side. Neutron diffraction experiment was subsequently performed to measure residual lattice strains in the deformed specimens, together with the as-annealed one as the reference material. A couple of detectors were properly arranged so as to make simultaneous measurements of lattice spacings in both the axial and transverse directions of the specimens. From the set of diffraction data, residual lattice strains and hence, residual stresses in both the axial and transverse directions were fully determined for the aluminum matrix in the specimens deformed at room temperature and at 500°C; however, the corresponding residual stress states for the Al_3Ni whiskers were indeterminable because of incomplete diffraction data due to the effect of preferred orientation of the Al_3Ni whiskers. The results are discussed in light of independent calculations of residual stresses based on a micromechanics-based analysis of the stress-strain data in tension-compression tests.

(Received January 31, 1995)

Keywords: neutron diffraction, time-of-flight analysis, metal matrix composites, residual stress, back stress, micromechanics

I. 緒 言

Bragg 反射ピークのシフト量に対応する格子ひずみの計測を通じて固体の応力状態を定量的に評価する方法はよく知られている。通常、このような回折実験には X 線が用いられるが、その浸透深さが数 μm から高々数十 μm の程度であることから、いわゆるバルクの供試材については表面近傍での概ね二軸性を有する“特異な”応力状態が評価できるにすぎない。一方、中性子は X 線に比べて著しく大きな浸透深さ(一般に cm オーダー)を有するため、これを用いるとバルク材の内部における一般に三軸性の応力状態が評価できることになる。このような

観点から中性子回折法が注目されるようになったのはここ数十年のことで⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾、たとえば溶接部材における残留応力分布の非破壊評価など、興味深い応用がいくつか展開されつつあるが、なかでも大きな関心が寄せられているのは複合材料への応用であろう⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。

周知のごとく、軽量構造用として注目されている複合材料は母相と強化相から成る多相系の不均質材料であるから、その様々な力学挙動を理解するうえで、ある巨視的な応力状態に対応する微視的な応力状態を知ることが一般に重要である。たとえば複合材料の有効(巨視的)弾性率について考えてみよう。これに関する最も単純な関係として Voigt 則と Reuss 則があり、よく知られているように、前者は母相と強化相それぞれの領域における微視的なひずみ(弾性ひずみ)の平均値が同一であると等ひずみモデル、また後者は応力について同様の状況を仮

† 東京工業大学大学院生

定する等応力モデルによって導出される。しかし、ある例外的なケースはあるものの[†]、いずれのモデルも実際の様々な複合材料における現実の状況を適切に表現するものではない。このことはまさに、中性子回折実験による格子ひずみ(弾性ひずみ)の測定を通じて直接確認できることである。これまで有効弾性率を理論的に予測する様々なモデルが提案されているが⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾、上記のことから分かるように、それらの妥当性を検証するうえで中性子回折実験は有用な情報を与えてくれる。さらに熱膨張や塑性/クリープなどの非弾性挙動が関与する状況では、一般に内部応力が問題となる。内部応力状態は非弾性ひずみの不均一分布によって生じ、外力の存在とは直接的には無関係の応力状態であるから、微視的には存在するが、巨視的にはあたかも存在しないかに見える応力状態である。複合材料では母相と強化相の各領域における内部応力の平均レベルが異なり、たとえばある方向の垂直応力成分が一方の相で引張側であれば、他方の相では圧縮側にあり、全体としてはゼロレベルとなる。このような構成相内の平均内部応力は複合材料の巨視的な非弾性挙動に深く関わっており⁽¹¹⁾、それを直接的に評価するには中性子回折法が少なくとも現時点で唯一の手段であろうと思われる。

以上のように、中性子回折実験は非常に魅力的ではあるが、実験装置そのものの特殊性から現状での研究報告は非常に限られている⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。本報では、京都大学原子炉実験所における共同研究として行った短繊維強化型金属基複合材料の内部応力評価に関する著者らの試みについて述べる。飛行時間分析方式の中性子散乱実験装置を用いて、室温および500°Cで引張・圧縮変形した Al_3Ni ウィスカ強化 Al 合金の残留格子ひずみを測定した。その結果を母相と強化相の塑性的な不適合(incompatibility)によって生じる母相内の平均内部応力(いわゆる“逆応力”)⁽¹²⁾⁻⁽¹⁴⁾に注目して検討する。

II. 実験方法

1. 試料

短繊維強化型金属基複合材料のモデル材として、Al-6.2 mass%Ni 共晶合金(共晶温度640°C)を一方方向凝固法により組織制御した Al_3Ni ウィスカ強化 Al 合金を用いた。このモデル材についてはこれまで多くの研究があり⁽¹⁵⁾⁻⁽¹⁸⁾、その構造と性質に関する情報が豊富である。特に、マトリックスの Al には高温でも Ni の固溶量が極めて小さく、実質的には純 Al であるから、熱処理によって第三相が析出するといった厄介な問題がない。また、Al 相と Al_3Ni 相は一定の結晶方位関係をもって凝固軸方向に整列晶出するため、後述するように、いくつかの回折ピークが選択的に非常に先鋭に現れる。したがって、計測時間が短縮できるという点では都合がよい。高周波誘導加熱による一方方向凝固装置を用い、固液界面での温度勾配 $G \approx 100^\circ\text{C}/\text{cm}$ 、凝固速度 $R \approx 1 \text{ cm/h}$ の条件下で、高純度アルミナるつぼ(内径9 mm、長さ500 mm)中の母合金を一方方向凝固させた。凝固したままの合金には直径 $d_f \approx 1 \mu\text{m}$ の Al_3Ni ウィスカ

カが体積率 $V_f=0.1$ で含まれているが、その長さについては100 μm を越えるものが大部分であり、事実上、連続繊維強化型と考えられる。そこで、さらに室温でのスエーピング加工によって Al_3Ni ウィスカを多数のセグメントに分断した後、550°Cにて2 hの焼鈍を施して短繊維強化型の供試体を得た。光学顕微鏡による組織観察の結果、 Al_3Ni ウィスカの長さに多少のばらつきがあったが、その大部分は10~30 μm の範囲内にあった。

上述のように組織制御した棒材からゲージ部の直径6 mm、長さ40 mmの試験片(直径8 mmの掴み部を含めた全長は60 mm)を採取し、電気油圧サーボ式疲労試験に赤外線イメージ炉を装着した多目的高温試験装置を用いて、室温および500°Cにて引張・圧縮試験を行った。本装置は走査式レーザ変位計による非接触・微小変位計測システムを有しており、引張・圧縮の低サイクル周期応力(正弦波)負荷に伴うひずみ応答を検出することにより、動的ヤング率および内部摩擦を測定することも可能である⁽¹⁹⁾。本研究では変位信号によりフィードバック制御した定ひずみ速度($5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)条件下で、ひずみ振幅漸増試験を行い、最大ひずみ振幅 $\Delta \epsilon_{\text{max}}=0.3\%$ の後に引張側から除荷したものを、試験前のもの(焼鈍材)とともに、次に述べる中性子回折実験の試料とした。

2. 中性子回折実験

京都大学原子炉実験所の研究用原子炉(定格出力5 kW)に付設されている飛行時間分析(time-of-flight (TOF) analysis)方式⁽²⁾⁽³⁾の中性子散乱実験装置⁽²⁰⁾⁽²¹⁾を使用して、上述の試料に関する中性子回折実験を行った。炉室から取り出された熱中性子をコリメータおよびディスクチョップを通して一定の波長帯域をもったパルス状の“多色”中性子ビームとし、さらにNi/Ti多層膜の特殊ミラー(スーパーミラー)でつくられた全長5 mの中性子導管内を全反射・飛行させた後、 B_4C 焼結板を組合せたスリット(幅10 mm、高さ50 mmにわたって連続可変、本実験では幅2 mm、高さ50 mmに固定)を通して、室温・大気中にセットした試料に入射する。試料からの散乱中性子を ^3He ガス計数管式ディテクターで検出し、可調式データ読み取りシステム(TOF Logic Unit: 主メモリ2048 ch/unit, 24 bits/ch)⁽²¹⁾およびパーソナルコンピュータを用いて、そのスペクトル分布を計測・記録する。つまり、個々のパルスに含まれている異なる粒子速度(波長の逆数に比例)をもった中性子の検出信号を、あらかじめ一定の時間幅を割り当てた2048個のチャンネルに飛行時間(波長に比例)別に取り込む仕組みになっている。本実験では2つのディテクター(D1およびD2)を使用し、それらを入射ビームおよび試料軸に対してFig. 1に示すように配置した。散乱角 2θ はいずれも90°Cに固定されているので、Bragg条件より $d=\lambda/\sqrt{2}$ となる。したがって、D1およびD2を介して測定されたTOF分析チャート上の個々のBragg反射ピークに対応する波長 λ より、それぞれ試料軸に垂直および平行な反射面(hkl)の面間隔 d_{hkl} が求められる。

ところで、上述の測定システムにおける λ の分解能であるが、これには様々な要因が関与する。各チャンネルに割り当てられる時間幅はもとより、入射ビームのパルス幅すなわちチョップの回転速度にも大きく依存する。1つのパルスに含まれている

† 連続長繊維による一方方向強化材の軸方向ヤング率は、事実上、等ひずみモデルによるVoigt則(線形混合則)に従うことはよく知られている。

Fig. 1 Beam-sample-detector arrangement for simultaneous measurement of residual lattice strains in both the longitudinal (L) and transverse (T) directions by TOF spectroscopy.

多数の中性子は、それぞれ異なる時点にチョッパを通過するが、実際にはパルスごとに発せられる1つのトリガー信号を受けてTOF測定系が作動する。つまり、パルス幅はTOFの測定値に直接影響することになる。しかし、ある波長に対応する粒子速度をもった中性子は統計的にはパルス幅内に一様に分布すると考えられるので、パルス幅は回折ピーク幅には直接反映するが、ピーク位置への影響は小さいと言える。いずれにしても、本回折実験は残留ひずみの測定を目的とした d_{hkl} の相対測定であるから、全測定を通じて上述の諸条件を一定とすれば、便宜的には適当な標準試料における散乱パターンとの比較を通じて直接 d_{hkl} が評価できる。標準試料としてモノクロメータ用の高配向度・高純度黒鉛結晶(Union Carbide社製のPyrolytic Graphite/Grade ZYA, mosaic spread $0.4 \pm 0.1^\circ$)を用いたが、その散乱パターンには基底面(002)およびその高次面(004), (006), (008), (0010)による鋭い回折ピークが現れる。カタログデータによれば、基底面の面間隔は $d_{002} = 0.3355 \sim 0.3359 \text{ nm}$ となっているが、ここではその平均値 0.3357 nm を採用し、各ピークに対応する d_{hkl} の値とチャンネル番号との相関性(スケールリング)を調べ、これに基づいてすべてのTOF分析データを解析した。なお、各試料の測定に際しては、十分に良好なS/N比をもった散乱パターンを得るために、サンプリング体積をできるだけ大きくし(実際には、幅 2 mm 、高さ 50 mm の“帯状”入射ビームに対して、引張試験片のゲージ部を3分割したものを上下に積み重ねるなどの方策で対処)、また測定には少なくとも 10 h を費やした。

III. 結 果

1. 応力-ひずみ曲線

室温および 500°C での引張・圧縮試験により得られた応力-ひずみ曲線をFig. 2に示す。いずれについてもひずみ振幅 $\Delta\epsilon$ を 0.05% 間隔で漸増させ、 $\Delta\epsilon = 0.3\%$ のヒステリシスループを測定した後、引張側から除荷した。ここでいくつかの特徴が観察できる。まず、室温での結果(Fig. 2(a))について見ると、

Fig. 2 Stress-strain diagrams showing strain responses of samples to cyclic tension-compression loading at room temperature, (a), and 500°C , (b).

負荷応力の反転に続く初めの部分は直線状を呈し、ひずみ振幅によらず引張側と圧縮側共にほぼ一定の傾きとなっている。つまり弾性の領域が比較的明瞭に現れていることが分かる。実際、この直線部分の傾きからヤング率の値を見積もると約 75 GPa となり、本実験とは別に低振幅・低周波の周期応力(正弦波)を負荷してひずみ応答を検出する動的な測定法⁽¹⁹⁾で求めたヤング率の値 78 GPa とよく一致している。変形が進むにつれて応力-ひずみ曲線の傾き $d\sigma/d\epsilon$ は次第に小さくなり、十分に変形が進んだところでは異なるひずみ振幅での曲線が互いに収斂して再び直線状を呈している。そこでの傾き $d\sigma/d\epsilon$ は約 22 MPa となっており、後で考察するように、この部分は逆応力による“線形硬化”領域に対応する。Fig. 2(a)の応力-ひずみ線図にはバウシinger効果が顕著に現れており、このことから逆応力が大きく関与していることが分かる。一方、 500°C での結果(Fig. 2(b))について見ると、弾性領域に対応する部分はかなり不明瞭となっているが、塑性変形が十分に進行したところでは、先と同様に、異なるひずみ振幅での曲線が収斂してほぼ直線状を呈している。しかし、ここでの傾き $d\sigma/d\epsilon$ は非常に小さいことから、逆応力の寄与はほとんど消失していると

考えられる。

2. 中性子回折データとその解析

中性子回折実験による測定データ(散乱中性子の各チャンネルにおける計数值)の一例として、焼鈍材における結果を Fig. 3 に示す。累積パルス数は 6.0×10^6 であり、これには約 18 h を費やしている。ディテクター D1 および D2 による測定結果のいずれにおいても複数の回折ピークが現れており、前者 (Fig. 3(a)) では特にそれが明瞭である(縦軸の値が異なる点に注意)。後者 (Fig. 3(b)) では、入射ビームそのもののスペクトル分布を反映したバックグラウンド成分がチャンネル数 400 付近から 1000 付近の間で相対的により大きく関与し、この範囲にあるいくつかの回折ピークの明瞭な識別を妨げている。このようなバックグラウンド成分を除去したデータ解析については後述するが、とりあえずこの測定データそのものについて明確に同定できた回折ピークの面指数が図中に示されている。この結果から、 Al_3Ni 相(斜方晶: $a_0=0.6598$ nm, $b_0=0.7352$ nm, $c_0=0.4802$ nm)による回折ピークは Fig. 3(a) における (040) 反射のみであり、このピークはかなり尖鋭であることが分かる。また、Fig. 3(b) では Al 相の (111), (200) および (222) 反射ピークが認められるのに対し、Fig. 3(a) ではそれらが認められない。かわりに (220), (311), (420) および (440) 反射ピークが

現れ、前二者はとりわけ尖鋭である。ところで、一方向凝固によって Al_3Ni ウィスカを整列晶出させた Al- Al_3Ni 共晶合金については、従来、透過電子顕微鏡により内部構造観察が行われている⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。それによれば、柱状(columnar)の Al 結晶粒内に六角形の断面形状(界面は $\{111\}_{\text{Al}}$, $\{110\}_{\text{Al}}$ および $\{112\}_{\text{Al}}$ に平行)を有する多数の Al_3Ni ウィスカが一様に分散したマイクロ組織を呈し、両相は一定の方位関係: 凝固軸// $\langle 010 \rangle_{\text{Al}_3\text{Ni}} // \langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ を有することが知られている。本試料における上述の観察結果、特に Fig. 3(a) に見られる (040) $_{\text{Al}_3\text{Ni}}$ および (220) $_{\text{Al}}$ の鋭い回折ピークは、まさにこのような方位関係の存在を示している。しかし、Fig. 3(a) には (311) $_{\text{Al}}$ 反射ピークも明瞭に現れていることから、冷間スエーピングとその後の焼鈍によって Al 母相には優先方位をもった再結晶粒も形成されていると考えられる。それはそうとして、本実験のように“多色”中性子を用いる場合、仮にこのような選択配向性が全く無いとすれば、同じ測定時間をもって同様の鋭い回折ピークを得ることは概して困難である。

室温変形材および 500°C 変形材についても散乱パターンを測定し、焼鈍材に関する上記の結果を含めて一連の解析を行った。その結果を Fig. 4 に示す。ここでは、まず本実験の条件下で別途に測定したバナジウムの散乱パターン(これには回折

Fig. 3 TOF spectroscopic data on an as-annealed sample taken with D1 and D2 detectors, (a) and (b).

Fig. 4 Comprehensive displays, (a) and (b), of Bragg reflection peaks, from which the longitudinal and transverse lattice strains are determined.

ピークが全く現れない)を利用してバックグラウンド成分を除去した後、個々の回折ピークについてガウス近似を施した(このデータ処理には Wave Metrics 社の Macintosh 用ソフトウェア “IGOR Pro” を使用した)。縦軸の強度値については試料毎に測定時間が異なるため(全パルス数は、焼鈍材: 6.0×10^6 , 室温変形材: 3.2×10^6 , 500°C 変形材: 3.0×10^6)、単純な比例配分により計数値を規格化し、Fig. 4(a) および (b) に共通の任意スケールで示してある。バックグラウンド成分の除去によって高次の反射面に対応する回折ピークが明瞭に分離されているものの、それらからは残留ひずみ測定にとっては有用な情報が得難いことが分かる。そこで、Fig. 4(a)における $(040)_{\text{Al}_3\text{Ni}}$, $(311)_{\text{Al}}$ および $(220)_{\text{Al}}$, また Fig. 4(b) では $(200)_{\text{Al}}$ の回折ピークに着目し、室温変形材および 500°C 変形材それぞれについて焼鈍材を基準とした軸方向(L 方向)および横方向(T 方向)の残留ひずみ $\epsilon_L^{\text{Resid}}$ および $\epsilon_T^{\text{Resid}}$ を求めた。その結果を Table 1 および Table 2 に示す。Al 相の $\epsilon_L^{\text{Resid}}$ については $d_{220}^{\text{Al}}(\text{L})$ および $d_{311}^{\text{Al}}(\text{L})$ より独立に求められているが、これらの値は概ね一致していることから、一連のデータ解析は妥当であることが分かる。

上述の残留ひずみに対応する残留応力は、通常の等方弾性論によれば、次の関係式(フック則)で表される:

$$\sigma_L^{\text{Resid}} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} [(1-\nu)\epsilon_L^{\text{Resid}} + 2\nu\epsilon_T^{\text{Resid}}] \quad (1)$$

$$\sigma_T^{\text{Resid}} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\nu\epsilon_L^{\text{Resid}} + \epsilon_T^{\text{Resid}}) \quad (2)$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。したがって、Al 相については残留応力を求めることができ、 $E_{\text{Al}} = 70 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{Al}} = 0.34$ として得られた結果を Table 3 に示す。

N. 考 察

ある負荷の下で軟質な相の塑性変形が容易には塑性変形しない硬質な第二相との共存状態で生じると、両相間の塑性的な不適合性(incompatibility)すなわち“ミスフィット”による内部応力が発生した状態となる。このようにして生じた軟質相内での平均内部応力は、一般に負荷応力とは逆符号であることから、しばしば“逆応力(back stress)”と呼ばれる。負荷応力を反転させた場合、この逆応力はその後の降伏(塑性流動)を助長することになり、したがってバウシinger効果をもたらす。実際、Fig. 2 より明らかに、室温変形材についてはこの効果が明瞭に観察される。ところが、500°C 変形材においてはバウシinger効果はほとんど見られない。このことは、逆応力が何らかの機構によって緩和されることを示唆している。逆応力の緩和機構については、従来、分散強化合金についてよく研究されているが、特に温度上昇によって顕著となる緩和機構としては、第二相周りの拡散による緩和機構が重要と考えられる。このような観点から、短繊維(または粒子)による不連続強化型の金属基複合材料における高温変形挙動を、平均場モデル⁽¹¹⁾に基づく微視力学解析によって理論的に考察した研究⁽¹²⁾⁽¹³⁾がある。以下では、そこでの扱いに沿って本実験による残留応力の評価結果を検討する。

上述のごとく、内部応力の発生原因は相間ミスフィットであ

Table 1 Lattice spacings determined from neutron diffraction data.

Specimen	Lattice spacing*			
	$d_{040}^{\text{Al}_3\text{Ni}}(\text{L})/\text{nm}$	$d_{200}^{\text{Al}}(\text{T})/\text{nm}$	$d_{220}^{\text{Al}}(\text{L})/\text{nm}$	$d_{311}^{\text{Al}}(\text{L})/\text{nm}$
As-annealed	0.1835 ₈	0.2027 ₄	0.1427 ₆	0.1218 ₃
Deformed at RT	0.1837 ₆	0.2028 ₅	0.1426 ₁	0.1217 ₂
Deformed at 500°C	0.1836 ₂	0.2027 ₇	0.1427 ₁	0.1218 ₅

* The symbol $d_{040}^{\text{Al}_3\text{Ni}}(\text{L})$, for example, indicates the lattice spacing of the Al_3Ni (040) planes whose normal is along the longitudinal (L) axis of a specimen.

Table 2 Residual lattice strains in the longitudinal and transverse directions (ϵ_L and ϵ_T).*

Specimen	Al		Al_3Ni	
	$\epsilon_L/10^{-4}$	$\epsilon_T/10^{-4}$	$\epsilon_L/10^{-4}$	$\epsilon_T/10^{-4}$
Deformed at RT	-10.5 ^{a)} -13.1 ^{b)} (-11.8)**	5.4 ^{c)}	9.8 ^{d)}	—
Deformed at 500°C	-3.5 ^{a)} -2.5 ^{b)} (-3.0)**	1.5 ^{c)}	2.2 ^{d)}	—

* Calculated from the observed lattice spacings: ^{a)} $d_{220}^{\text{Al}}(\text{L})$, ^{b)} $d_{311}^{\text{Al}}(\text{L})$, ^{c)} $d_{200}^{\text{Al}}(\text{T})$, and ^{d)} $d_{040}^{\text{Al}_3\text{Ni}}(\text{L})$, on the assumption that the as-annealed specimen is in a reference state.

** Arithmetic mean.

Table 3 Residual stresses in the Al matrix.*

Specimen	From diffraction data		From tension-compression data	
	$\sigma_L^{\text{Resid}}/\text{MPa}$	$\sigma_T^{\text{Resid}}/\text{MPa}$	$\sigma_L^{\text{Resid}}/\text{MPa}$	$\sigma_T^{\text{Resid}}/\text{MPa}$
Deformed at RT	-67	23	-45	15
Deformed at 500°C	-16	8	-17	5

* Young's modulus and Poisson's ratio of the Al matrix are: $E_{\text{Al}} = 70 \text{ GPa}$ and $\nu_{\text{Al}} = 0.34$.

るから、これを次のような内部変数 ϵ^* によって表す:

$$\epsilon^* = \epsilon^{\text{Plas}} - \epsilon^{\text{Diff}} \quad (3)$$

単軸(引張・圧縮)の負荷応力 σ の下での変形は巨視的に軸対称変形であると仮定し、母相内に一樣に発生する負荷軸方向の塑性ひずみを ϵ^{Plas} 、強化相周りの拡散によって消失する分を ϵ^{Diff} とする。つまり、負荷軸(L)方向の有効ミスフィットひずみが ϵ^* であり、横(T)方向のそれが $-\epsilon^*/2$ である。このとき、母相内の L 方向および T 方向の平均応力 σ_L および σ_T は、次のように表すことができる:

$$\sigma_L = a_L \sigma - b_L E \epsilon^* \quad (4)$$

$$\sigma_T = a_T \sigma - b_T E \epsilon^* \quad (5)$$

ここで、 E は母相のヤング率、 a_L , a_T , b_L および b_T はいずれも母相と繊維(ウィスカ)のヤング率の比($E_{\text{Al}_3\text{Ni}}/E_{\text{Al}} = 2.0$)⁽¹⁵⁾、それらのポアソン比($\nu_{\text{Al}} = 0.34$, $\nu_{\text{Al}_3\text{Ni}} = 0.28$)、さらに繊維のアスペクト比($l_f/d_f \approx 20$)および体積率($V_{\text{Al}_3\text{Ni}} = 0.1$)に依存する無次元の定数である。いま、母相は Mises の降伏条件 $\sigma^{\text{Mises}} = \sigma^{\text{Yield}}$ を満たして塑性流動するものとしよう。ただし、 σ^{Mises} は Mises の相当応力、すなわち $\sigma^{\text{Mises}} = \sqrt{(\sigma_L - \sigma_T)^2}$ であり、 σ^{Yield} は母相単体の引張試験で求められる降伏応力(塑性流動応

Fig. 5 Schematic stress-strain diagram for a micromechanical analysis of residual stress state.

力)である。式(4)および(5)を用い、この降伏条件を引張負荷 $\sigma = \sigma^{\text{Ten}}$ の場合と圧縮負荷 $\sigma = \sigma^{\text{Com}}$ の場合に分けて書き表すと、それぞれ次のようになる：

$$\sigma^{\text{Ten}} - \frac{b_L - b_T}{a_L - a_T} E \varepsilon^* = \frac{1}{a_L - a_T} \sigma^{\text{Yield}} \quad (6)$$

$$\sigma^{\text{Com}} - \frac{b_L - b_T}{a_L - a_T} E \varepsilon^* = -\frac{1}{a_L - a_T} \sigma^{\text{Yield}} \quad (7)$$

これら両式の左辺第2項は、逆応力 σ^{Back} に他ならない：

$$\sigma^{\text{Back}} = -\frac{b_L - b_T}{a_L - a_T} E \varepsilon^* \quad (8)$$

さて、本実験では供試体に所定のひずみ振幅で引張・圧縮の塑性変形を与えた後、引張側から除荷した場合の残留応力を問題としている。そこで、Fig. 5 の模式図に示すように、 $O \rightarrow P_1 \rightarrow P_2 \rightarrow P_3 \rightarrow P_4 \rightarrow P_5 \rightarrow P_6 \rightarrow P_7$ のような経路を経た点 P_7 における母相(および繊維)の応力状態について考えよう。式(4)および式(5)を用いてこの応力状態を算定するには、当然 $\sigma = 0$ とするが、 ε^* の値については不明である。しかし、 ε^* は非弾性ひずみであるから $P_2 \sim P_3$ の弾性範囲内では変化しない。よって、点 P_2 (点 P_6)、点 P_3 および点 P_7 における ε^* の値は同一である。ところで、式(6)は点 P_2 (点 P_6)における降伏条件であり、式(7)は点 P_3 でのそれである。したがって、両式より

$$\varepsilon^* = \frac{1}{2} \frac{a_L - a_T}{b_L - b_T} \frac{\sigma^{\text{Ten}} + \sigma^{\text{Com}}}{E} \quad (9)$$

なる関係を得るので、ここで問題としている残留応力は次式により算定できることが分かる：

$$\sigma_L^{\text{Resid}} = -b_L \left(\frac{a_L - a_T}{b_L - b_T} \right) \frac{\sigma^{\text{Ten}} + \sigma^{\text{Com}}}{2} = b_L \left(\frac{a_L - a_T}{b_L - b_T} \right) \sigma^{\text{Back}} \quad (10)$$

$$\sigma_T^{\text{Resid}} = -b_T \left(\frac{a_L - a_T}{b_L - b_T} \right) \frac{\sigma^{\text{Ten}} + \sigma^{\text{Com}}}{2} = b_T \left(\frac{a_L - a_T}{b_L - b_T} \right) \sigma^{\text{Back}} \quad (11)$$

以上の解析にしたがって、母相内の残留応力を具体的に算定し

てみよう。まず、実測による応力-ひずみ曲線(Fig. 2)を上述の模式図(Fig. 5)における状況に対応させるには、最大ひずみ振幅0.3%で負荷応力を反転させた直後の“弾性”部分および異なるひずみ振幅でのヒステリシス曲線が互いに収斂した“非弾性”部分をともに直線近似で外挿すればよい。もちろん、こうした扱いで求めた負荷応力ゼロの状態(点 P_7 の位置)は、実際の供試体(変形材)での状態とは厳密には一致しないが、その違いつまり応力-ひずみ線図上で完全除荷($\sigma = 0$)の位置のずれは僅かである。このようにして求めた母相内の残留応力 σ_L^{Resid} および σ_T^{Resid} の概算値を、先の Table 3 に示した。中性子回折実験による評価結果と概ねよく一致しているといえる。

以上、本研究では未変形の焼鈍材を基準とする母相内の平均内部応力を定量的に検討したが、実際には焼鈍材そのものも母相と強化相の熱膨張係数の差に起因する熱応力によって内部応力状態にある⁽¹⁸⁾。中性子回折実験によってこの応力状態を評価するには、その基準を何に求めるかは特に本供試体のような複合材料の場合にはなかなか厄介な問題である。こうした点では、さらに適切な複合系を選び、同様の研究を行うことが必要であろう。

V. 結 論

室温および500°Cでひずみ振幅漸増モードの引張・圧縮試験を行い最大ひずみ振幅0.3%で引張側から除荷した Al_3Ni ウィスカ強化 Al 基複合材料について、未変形の焼鈍材を基準とする負荷軸方向(L方向)および横方向(T方向)の残留格子ひずみを飛行時間分析方式の中性子回折実験によって測定し、残留応力状態の定量的評価を試みた。その結果は、次のように要約できる。

(1) 本供試材は結晶学的な選択配向性を有しており、特にL方向の散乱パターンには Al_3Ni 相の(010) _{Al_3Ni} とAl相の(220)_{Al}および(311)_{Al}の反射ピークが著しく先鋭に現れた。一方、T方向については、残留格子ひずみ測定にとって有用な反射ピークは(200)_{Al}のみであった。したがって、Al母相についてのみ、LおよびT両方向の残留格子ひずみを求めることができた。なお、(220)_{Al}および(311)_{Al}によるL方向の値は概ね一致している。

(2) この格子ひずみに対応するAl母相の残留応力状態は、室温変形材と500°C変形材のいずれにおいても、L方向では圧縮、T方向では引張であり、その大きさについては室温変形材の方がかなり高い値(約3倍)を示している。

(3) このような残留応力状態は、母相の塑性変形が強化相との共存による弾性拘束下で起こるために生じる逆応力に直接関係し、応力-ひずみ線図上ではバウシinger効果として観察される。こうした観点から応力-ひずみ曲線の微視力学的検討を通じて評価した残留応力状態は、上記(2)の結果と定量的にも概ね一致する。

終わりに、本研究は京都大学原子炉実験所の共同利用研究として行われたものであることを付記し、ここに関係各位に厚く御礼申し上げる。

文 献

- (1) M. J. Schmank and A. D. Krawitz: Metall. Trans. A, **13A**(1982), 1069.
- (2) S. R. MacEwen, J. Faber, Jr. and A. P. L. Turner: Acta Metall., **31**(1983), 657.
- (3) A. J. Allen, M. T. Hutchings, C. G. Windsor and C. Andreani: Adv. Phys., **34**(1985), 445.
- (4) M. T. Hutchings: *Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction*, Ed. by M. T. Hutchings and A. D. Krawitz, Kluwer Academic Publishers, The Netherlands, (1992), 3.
- (5) A. D. Krawitz, D. G. Reichel and R. L. Hitterman: Mater. Sci. Eng., **A119**(1989), 127.
- (6) A. J. Allen, M. A. M. Bourke, S. Dawes, M. T. Hutchings and P. J. Withers: Acta. Metall. Mater., **40**(1992), 2361.
- (7) C. A. Lewis, W. M. Stobbs and P. J. Withers: Mater. Sci. Eng., **A171**(1993), 1.
- (8) S. Majumdar, D. Kupperman and J. Singh: J. Am. Ceram. Soc., **71**(1988), 858.
- (9) Z. Hashin: J. Appl. Mech., **50**(1983), 481.
- (10) R. M. Christensen: *Mechanics of Composite Materials*, Wiley-Interscience, New York, (1979), 1.
- (11) K. Wakashima and H. Tsukamoto: Mater. Sci. Eng., **A146**(1991), 291.
- (12) K. Wakashima, B. H. Choi and T. Mori: Mater. Sci. Eng., **A127**(1990), 57.
- (13) K. Wakashima, H. Tsukamoto and K. -J. Wang: *Aspects of High Temperature Deformation and Fracture in Crystalline Materials*, The 7th JIM International Symposium, Ed. by Y. Hosoi, H. Yoshinaga, H. Oikawa and K. Maruyama, The Japan Inst. Metals, (1993), 675.
- (14) M. Taya, K. E. Lulay, K. Wakashima and D. J. Lloyd: Mater. Sci. Eng., **A124**(1990), 103.
- (15) R. W. Hertzberg, F. D. Lemkey and J. A. Ford: Trans. AIME, **233**(1965), 342.
- (16) L. M. Hogan, R. W. Kraft and F. D. Lemkey: *Advances in Materials Research*, Vol. 5, Ed. by H. Herman, Wiley-Interscience, New York, (1971), 83.
- (17) B. Cantor and G. A. Chadwick: J. Mater. Sci., **10**(1975), 578.
- (18) S. Yoda, K. Wakashima and S. Umekawa: Trans. JSCM, **2**(1976), 63.
- (19) K. -J. Wang, T. Jimbo and K. Wakashima: Scripta Metall. Mater., **31**(1994), 1175.
- (20) M. Ono and S. Okamoto: Nuclear Instr. Meth. Phys. Res., **229**(B1)(1984), 146.
- (21) M. Ono, S. Tasaki and S. Okamoto: Nuclear Instr. Meth. Phys. Res., **A285**(1989), 477.