熱処理した SiCw/A2014 複合材料の X 線および 中性子回折による残留応力測定

大貫 貴久*† 藤田 元大*††
友田 陽* 小野 正義**

*茨城大学工学部物質工学科

**京都大学原子炉実験所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 62, No. 3 (1998), pp. 261-266

Residual Stress Measurements by X-ray and Neutron Diffractions in Heat-Treated SiCw/A2014 Composites

Takahisa Ohnuki*†, Motoo Fujita*††,
Yo Tomota* and Masayoshi Ono**

*Department of Materials Science, Faculty of Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316-8511

**Research Reactor Institute, Kyoto University, Kumatori 590-0494

Residual stresses due to various heat treatments in a 22 volume percent SiC whisker/A2014 metal matrix composite (MMC) were measured by using X-ray and neutron diffractions. Micro residual stresses generated from the differences in thermal expansion coefficients of the constituents and macro residual stresses associated with different cooling rates in the outer and inner regions of an MMC specimen must be distinguished in X-ray stress measurements. The conventional $\sin^2 \psi$ method under an assumption of plane stress condition has been found not to be applicable to the present MMC, because interactions among whiskers in the X-ray penetrating area yields σ_{33} where the x_3 -axis is normal with respect to specimen's surface. An average value of σ_{33} can be measured by X-ray diffraction technique, but does not seem enough to evaluate micro residual stresses. It is found that neutron diffraction is the most powerful method to measure micro residual stresses in the constituents. Elastic residual strains obtained by neutron diffraction in solution treated or T6 heat treated samples show good agreements with predictions calculated by using Eshelby inclusion theory coupled with the Mori-Tanaka mean field concept, indicating that the influence of stress relaxation is negligible. In addition, internal stresses relaxations during holding at room temperature, slow cooling from solution treatment temperature, or subzero cooling are discussed.

(Received September 4, 1997; In Final Form December 22, 1997)

Keywords: X-ray diffraction, neutron diffraction, tri-axial stress evaluation, metal matrix composite, residual stress, thermal stress, micromechanics, stress measurement, stress relaxation

I. 緒 言

金属基複合材料(MMC)では、母相と強化相の熱膨張係数の相違から、熱処理時に大きなマイクロ残留応力が発生し、機械的性質に影響を及ぼす。そのため、MMCの熱残留応力を測定する研究がなされてきた⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。ここで、マイクロ残留応力とは、試料の表面から内部にかけて分布するマクロ残留応力を除いた各構成相のミスマッチひずみによる平均残留応力(相応力)を意味するものとする。残留応力を直接測定する方法としては、中性子回折⁽¹⁾⁽²⁾⁽⁵⁾あるいは、X線回折⁽³⁾⁻⁽⁶⁾

を用いる方法がある。中性子回折を用いた残留応力測定では、中性子の透過能が高いため試料全体の平均情報が得られる。前報において、22 vol% SiCw(ウィスカー)/A2014 MMC 熱間圧延板を溶体化処理後水焼入れし、中性子回折(PSD: Position sensitive detector および TOF: Time of flight diffractometer)を用いて残留弾性ひずみの測定を行い、等価介在物法による予測と良く一致することを報告した⁽¹⁾。しかし、中性子回折では、測定に長時間を要することから、測定終了までに応力緩和が起こり、焼入れ時の残留応力が減少することが懸念される。一方、X線回折を用いる応力測定では、X線の浸透深さは数十 μm 程度と浅いが、短時間で比較的手軽に測定を行うことができる。ところが、最近になって、X線浸透領域内に多数の強化材粒子が存在する場合は平面応力場とはみなせず、3軸応力状態として解析されるべ

† 茨城大学大学院生、現在：山形大学(Graduate Student, Ibaraki University, Present address: Yamagata University)

†† 茨城大学大学院生(Graduate Student, Ibaraki University)

きだと認識されるようになった⁽¹⁾⁽²⁾⁽⁴⁾.

上述のように、中性子回折とX線回折による応力測定は一長一短があるが、それぞれの測定方法で同一試料を測定して結果を比較・検討した報告は少ない⁽⁵⁾.

本研究では、種々な熱処理を施すことにより SiCw/A2014 MMC 熱間圧延材に異なる残留応力状態を導入して、X線および中性子線を用いて残留応力の測定を行った。X線回折では、平面応力場を仮定した $\sin^2 \psi$ 法と3軸応力測定を行い、中性子回折の結果と比較した。続いて、測定結果を等価介在物法⁽⁷⁾⁽⁸⁾による予測値と比較し応力緩和の有無を検討した。さらに、室温保持や深冷処理等による応力緩和を調べ、0.2%耐力との関係を考察した。

II. 実験方法

1. 試料の作製方法

本実験で使用した試料は、溶湯鍛造法により作製した 22 vol% SiCw/A2014 MMC である⁽¹⁾。MMC は前報⁽¹⁾で用いた材料と同じである。得られたインゴットに熱間押出し、据え込みおよび圧延を施して板厚 2 mm の板状に加工した。圧延板中の SiCw の平均アスペクト比は 9.0 であった⁽¹⁾。走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて配向分布を測定した結果、Fig. 1 に示すように圧延方向にほぼ一方方向の分布が得られた。この熱間圧延板に、以下のような 5 種類の熱処理を施し、測定試料とした。

- 溶体化処理 (773 K-3.6 ks) 後、水焼入れした試料 [STWQ 材]
- 溶体化処理後、液体窒素中に焼入れし、その後常温 (293 K) の水中に入れた (アップクエンチ) 試料 [STNQ 材]
- T6 処理 (773 K-3.6 ks → W.Q. → 448 K-18 ks W.Q.) を

施した試料 [T6WQ 材]

- 溶体化処理後、室温まで炉冷した試料 [STFC 材]
- また、解析用の基準試料として、SiCw 単体および MMC と同様に熱間で押出し、据え込み、圧延を行った板厚 2 mm の A2014 板状試料を用いた。

2. 残留応力および残留弾性ひずみの測定および解析方法

(1) X線回折による測定

測定には、10 mm × 10 mm × 2 mm の大きさの試料を用い、Co または Cr 管球の $K\alpha$ 線を使用した。測定方向は、Fig. 2 に示すように、圧延方向を $\phi = 0^\circ$ とし、 $0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ, 90^\circ, 120^\circ$ 、および 150° である。また、各々の ϕ に対して、圧延面の法線方向を $\psi = 0^\circ$ とし、 $0^\circ, \pm 10^\circ, \pm 20^\circ, \pm 30^\circ$ および $\pm 40^\circ$ について測定を行った。残留応力および残留弾性ひずみは、通常の $\sin^2 \psi$ 法と3軸応力測定法⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾を用い

Fig. 2 Schematic illustration to explain angles ϕ and ψ corresponding to global (X - Y - Z) and local (L_1 - L_2 - L_3) co-ordinates, where S_ϕ means a normal stress direction measured by the $\sin^2 \psi$ method.

Fig. 1 Distribution of SiC whisker's orientation in the MMC used in the present investigation.

て解析した．3 軸応力解析の計算には，次の式(1)および(2)を用いた．

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_{\phi\psi} = & \{(1+\nu)/E\} \{ \sigma_{11} \cos^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi \\ & + \sigma_{22} \sin^2 \phi - \langle \sigma_{33} \rangle \} \sin^2 \psi \\ & + \{(1+\nu)/E\} \langle \sigma_{33} \rangle - (\nu/E) \{ \sigma_{11} + \sigma_{22} + \langle \sigma_{33} \rangle \} \\ & + \{(1+\nu)/E\} \{ \tau_{31} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi \} \sin 2\psi \quad (1) \end{aligned}$$

$$\langle \varepsilon_{33} \rangle = (d_{\phi\psi} - d_0) / d_0 \quad (2)$$

ここで，基準格子面間隔 d_0 には，基準試料 SiCw 単体，または A2014 板状試料の精密格子定数測定値を用いた．精密格子定数の測定は，CoK α 線を使い，Wilson & Pike 法を用いて行った．

3 軸応力測定法は文献(4)に詳しく記述されている．ここでは，後の考察のために概略を述べる． ϕ^+ ($\phi=0^\circ, +10^\circ, +20^\circ, +30^\circ, +40^\circ$) および ϕ^- ($\phi=0^\circ, -10^\circ, -20^\circ, -30^\circ, -40^\circ$) の両条件で測定を行うことにより，式(1)から以下の関係が得られる．

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_{\phi\phi^-} + \langle \varepsilon \rangle_{\phi\phi^+} / 2 \\ = \{ (1+\nu)/E \} \{ \sigma_{11} \cos^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi \\ - \langle \sigma_{33} \rangle \} \sin^2 \psi + \{ (1+\nu)/E \} \langle \sigma_{33} \rangle \\ - (\nu/E) \{ \sigma_{11} + \sigma_{22} + \langle \sigma_{33} \rangle \} \quad (3) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon \rangle_{\phi\phi^-} - \langle \varepsilon \rangle_{\phi\phi^+} / 2 \\ = \{ (1+\nu)/E \} \{ \tau_{31} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi \} \sin 2\psi \quad (4) \end{aligned}$$

ここで， $\phi=0^\circ$ および 90° について測定を行えば，式(3)から σ_{11} , σ_{22} および $\langle \sigma_{33} \rangle$ の関係を求めることができる．すなわち， $\phi=0^\circ$ および 90° の測定値を $\sigma(0)$, $\sigma(90)$ とすると，

$$\sigma_{11} = \sigma(0) + \langle \sigma_{33} \rangle \quad (5)$$

$$\sigma_{22} = \sigma(90) + \langle \sigma_{33} \rangle \quad (6)$$

$$\langle \sigma_{33} \rangle = \{ E / (1-2\nu) \} \{ \langle \varepsilon_{33} \rangle + (\sigma(0) + \sigma(90)) \nu / E \} \quad (7)$$

ここで， σ_{33} は試料表面ではゼロであり， $\langle \rangle$ は X 線浸透領域の平均値であることを意味する．さらに， $\phi=45^\circ$ について測定することにより，同様にして，式(1)，(4)から τ_{12} , τ_{23} , τ_{31} を求めることができる．

平面応力 $\sigma_{33} = \tau_{31} = \tau_{23} = 0$ を仮定した場合，式(1)より，

$$\langle \varepsilon \rangle_{\phi=0, \psi} = \{ (1+\nu)/E \} \{ \sigma_{11} \sin^2 \psi - (\nu/E) \{ \sigma_{11} + \sigma_{22} \} \} \quad (8)$$

よって，

$$\langle \varepsilon \rangle_{33} = -(\nu/E) \{ \sigma_{11} + \sigma_{22} \} \quad (9)$$

である．ここで，Bragg の式を微分してひずみを表すと，

$$(d_{\phi=0, \psi} - d_0) / d_0 = (-\cot \theta_0 \cdot \Delta 2\theta) / 2 \quad (10)$$

ゆえに，式(8)～(10)より，

$$\sigma_{11} = K \{ \Delta 2\theta / \sin^2 \psi \} \quad (11)$$

ここで， K は $\{ -E / (2(1+\nu)) \cdot \cot \theta_0 \}$ であり応力定数と呼ばれる．式(11)は，平面応力場を仮定する通常の $\sin^2 \psi$ 法の基礎式である．

(2) 中性子回折による測定方法

測定には京都大学原子炉実験所(定格出力 5 MW)スーパーミラー中性子導管に附設された中性子回折装置(PSD 装置)を用いた⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾．残留弾性ひずみは，基準材または試料に中性子を照射し，回折角からそれぞれの結晶格子面間隔を測定

し，式(2)を用いて求めた．測定に際して，S/N 比を良くするためには試料体積が大きいことが望ましいので，MMC 試料および基準材の A2014 とともに 5 枚重ねて 10 mm 厚にして測定を行った．測定の詳細については，小野により報告されている⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾ ので，ここでは省略する．また，本実験は，マシンタイムの都合により，STWQ 材，T6WQ 材および STFC 材の 3 種類について，残留弾性ひずみ ε_{11} のみを測定した．

III. 実験結果および考察

1. 平面応力場仮定の X 線 $\sin^2 \psi$ 法による測定結果

Co 管球を用いて測定した STWQ 材の $\phi=0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ, 90^\circ, 120^\circ$ および 150° の結果を Fig. 3 に示す．A2014 および SiCw の残留応力の測定値はいずれも圧縮応力である．このような結果は，A2014 と SiCw の熱膨張差による熱残留応力以外に，試験片の表面と内部の冷却速度の差によるマクロ熱残留応力が発生したと考えれば説明ができる．マクロ熱残留応力の推定については次節で述べる．なお，次節で明らかにするように本試料では平面応力場仮定が不適当であるため，これらの測定値そのものは正しくない．しかし，残留応力の変化を見ると， $\phi=90^\circ$ を中心として A2014 および SiCw は，それぞれ凹，凸の曲線となっており，Fig. 1 に示した SiCw の配向分布と対応関係がある．すなわち，Fig. 3 で残留応力が圧延方向に平行($\phi=0^\circ$)で最大になり，角度の増加とともに減少し，垂直方向($\phi=90^\circ$)で最小になっているのは，SiCw が圧延方向にはほぼ一方向に向いた状態で配列しているからであると考えられる．3 軸応力状態の試料を $\sin^2 \psi$ 法で測定するとき，せん断応力が無視できるならば測定値は σ_{11} ではなく $\sigma_{11} - \langle \sigma_{33} \rangle$ を意味する(式(5)参照)．したがって， $\sin^2 \psi$ 法は残留応力の相対的傾向のみを知るには簡便で有益

Fig. 3 Residual stresses obtained by X-ray $\sin^2 \psi$ method with an assumption of plane-stress field, as a function of specimen's direction.

な場合もある。

2. X線3軸応力測定の結果

Ⅲ.1節で述べたように、試料中にはマクロ残留応力があることが推測され、X線3軸応力解析を行うため、どのように考慮するか検討を行った。

まず最初に、マクロ残留応力を考慮することが妥当であるか確認するため、A2014合金単体(STWQ材、 $\phi=0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$)を用いて同じ溶体化処理を施し残留応力測定を行った。A2014合金単体では平面応力場仮定が成り立つので、測定はX線 $\sin^2\psi$ 法を用いて行った。その結果、 -30 MPa ($\phi=0^\circ$)、 -42 MPa ($\phi=45^\circ$) および -35 MPa ($\phi=90^\circ$) が得られ、いずれも、負(圧縮)のマクロ残留応力が存在することが確認できた。

一方、MMC試料におけるマクロ残留応力は、A2014とSiCwの弾性係数の相違に起因して試料内で変化し、各構成相では平均残留応力 σ^R からそれぞれ $\sigma^{m,e}$ 、 $\sigma^{i,e}$ だけずれると考えられる。よって、試料表面近傍では次式のような応力平衡状態が推定される。

$$M_i\sigma^m(1-f) + M_i\sigma^i \cdot f = \{M_e\sigma^m - (\sigma^R + \sigma^{m,e})\} \cdot (1-f) + \{M_e\sigma^i - (\sigma^R + \sigma^{i,e})\} \cdot f = 0 \quad (12)$$

ここで、 f はSiCwの体積率、 $M_i\sigma^m$ 、 $M_i\sigma^i$ 、 $M_e\sigma^m$ および $M_e\sigma^i$ は、それぞれMMCのA2014およびSiCwのマイクロ残留応力、A2014およびSiCwの実測値を表す。MMCではマイクロ残留応力が存在するため、マクロ残留応力だけを直接測定することはできない。そこで、最初に等価介在物法⁽⁷⁾⁽⁸⁾を用いて $\sigma^{m,e}$ と $\sigma^{i,e}$ を σ^R の関数として求め、式(12)を用いて σ^R を算出し、続いて $\sigma^{m,e}$ と $\sigma^{i,e}$ を算出した。本解析では弾性係数として、マトリックスのA2014に対してはひずみゲージ法で測定した実測値を、SiCwに対しては単結晶の文献値⁽¹²⁾を使用した。以後、上記の方法を用いて、マイクロ残留応力($M_i\sigma^m$ 、 $M_i\sigma^i$)を求め、解析を行った。

解析結果の一例として、Cr管球を用いたSTWQ材の3軸応力測定値 σ_{11} について計算した結果をTable 1に示す。その結果、得られた σ^R は -154 MPa でA2014合金単体の場合と符号は一致し値は大きい。値が大きいのはMMCの方がA2014合金単体よりもヤング率が大きく熱伝導率が小さいことが関係していると思われる。

次に、STWQ材について上述の方法を用いてマクロ残留応力を差し引いた後の3軸応力測定結果をFig. 4に示す。法線応力は、A2014側で引張(正)、SiCw側で圧縮(負)とな

り、いずれも符号は妥当である。MMCの熱残留応力に関して同様な測定結果は洪ら⁽³⁾、池内と英⁽⁴⁾、らによっても報告されている。式(12)によってマクロ応力を差し引いたFig. 4のマイクロ応力の法線応力およびせん断応力は、それぞれ $\sigma_{11} > \sigma_{22} \approx \sigma_{33}$ および $\tau_{12} = \tau_{23} = \tau_{31} \approx 0$ であった。すなわち、 $\langle \sigma_{33} \rangle = 0$ とはならず、本実験で用いたMMCでは平面応力場で近似することはできない。したがって、Ⅲ.1節の結果は正しい値とは言えず、通常の $\sin^2\psi$ 法による測定は妥当ではないことがわかる。同様な結果は洪ら⁽³⁾によっても指摘されている。

3. 中性子回折による測定結果

中性子回折による ϵ_{11} の測定結果をTable 2に示す。比較

Fig. 4 Residual stresses in the matrix (a) and SiC whisker (b) obtained by triaxial X-ray stress measurement in a STWQ specimen.

Table 2 Comparisons of residual elastic strains (ϵ_{11}) averaged in each constituent phase (SiCw and A2014 (Al)) obtained from X-ray (CrK α) or neutron diffractions and those predicted by Eshelby and Mori-Tanaka theories for three kinds of heat treated SiCw/A2014 MMC specimens.

	X-ray three dimensions ϵ_{11}	Neutron diffraction ϵ_{11}	Equivalent inclusion method ϵ_{11}
STWQ-Al	+0.001838	+0.003140	+0.002967
STWQ-SiCw	-0.001662	-0.002753	-0.002336
T6WQ-Al	—	+0.000997	+0.000937
T6WQ-SiCw	—	-0.000732	-0.000738
STFC-Al	—	+0.001290	
STFC-SiCw	—	-0.000998	

Table 1 Average macro and micro stresses along the rolling direction (σ_{11}) obtained from X-ray (CoK α) diffractions in an MMC specimen.

Average macro stress σ^R (MPa)	Elastic interaction stress		Micro stress	
	Matrix $\sigma^{e,m}$ (MPa)	whisker $\sigma^{e,i}$ (MPa)	Matrix $\sigma^{Mc,m}$ (MPa)	whisker $\sigma^{Mc,i}$ (MPa)
-154	+18	-60	+282	-1007

のため、上述の X 線 3 軸応力測定の結果および等価介在物法⁽⁷⁾⁽⁸⁾による予測も表に示した。ここで、等価介在物法による予測計算⁽¹⁾は、温度差を STWQ 材では -475 K, T6WQ 材で -150 K として行った。また、SiCw の 3 次元配向分布を取り込み⁽¹³⁾、応力緩和は起きないと仮定した⁽¹⁾。

まず、STWQ 材および T6WQ 材に着目する。残留弾性ひずみは、いずれの結果も、母相の A2014 では引張であり、強化材の SiCw では圧縮である。中性子回折の結果と等価介在物法による予測計算結果は、良く一致している。

次に、中性子回折結果と X 線回折結果を比較する。3 軸応力状態を考えると、X 線の浸透深さ $D(x)$ 内に SiCw が多数存在する場合には測定対象領域内で σ_{33} は表面 ($\sigma_{33} = \tau_{23} = \tau_{31} = 0$) からの距離とともに試料内部の平均残留応力に近づくことと予想される。 $\langle \sigma_{33} \rangle$ が試料中の平均残留応力とどの程度異なるかは $D(x)$ とマイクロ組織に依存すると考えられるので簡単に考察を加える。すなわち、CrK α 線 ($\lambda = 2.29100 \times 10^{-4} \mu\text{m}$) の Al への浸透深さ $10 \mu\text{m}$ への透過率が 0.68 である⁽¹⁴⁾ のに対して、本実験で用いた SiCw の径は $0.5 \mu\text{m}$ で、試料の体積率 (22 vol%) からその厚さ方向に 4~5 本程度存在すると推定される。したがって、Table 2 において X 線 3 軸応力測定の結果が中性子回折による結果より少し小さいのは、表面近傍で $\langle \sigma_{33} \rangle$ はゼロに近づくことを考えれば妥当な結果と思われる。等価介在物法による予測値は中性子回折の結果に近い。後で考察するように応力緩和が無視できるとすれば、この良い一致は中性子回折法が最も妥当な測定法であることを示しているものと判断される。また、中性子回折ではその大きな浸透深さのために、試料表面と内部の違いによるマクロ応力の影響はほとんど無視でき、直接マイクロ残留応力を測定できる点においても X 線 3 軸応力測定に比べて優れている。

4. 残留応力の緩和

まず、母相の降伏に関して Mises 型相当応力を計算した。Fig. 4 に示した X 線 3 軸応力測定結果から、STWQ 材について母相の Mises 型相当応力を計算すると、マイクロ残留応力は 67 MPa であり、一方、等価介在物法による予測結果では 235 MPa である。中性子回折は ϵ_{11} の測定のみなので計算を行えなかった。いずれの値も A2014 単体の単軸引張試験による降伏応力 334 MPa より低い。しかし、局所的には原子の拡散や転位の運動による応力緩和が起こり得るであろう。また、溶体化処理後の時効析出による残留応力の変化も予想される。そこで、STWQ 材の時間経過に伴う残留応力の変化を測定した。測定はできるだけ速やかに行う必要があるため、中性子回折や X 線 3 軸応力測定法は使えない。そこで、X 線回折により $\psi = 0^\circ$ のみの測定により $\sigma(0)$ を測定して、その相対的变化を調べることにした。この測定のみであれば数 min 間で実験できる。 $\sigma(0)$ の内容は、式 (5) およびマクロ残留応力により、

$$\sigma(0) = (\langle \text{Mi} \sigma_{33}^{\text{R}} \rangle + \sigma_{11}^{\text{R}} + \sigma_{11}^{\text{M}})$$

$$- (\langle \text{Mi} \sigma_{33}^{\text{R}} \rangle + \langle \text{Mi} \sigma_{33}^{\text{M}} \rangle) \quad (13)$$

と表される。ここで、 σ_{11}^{R} および $\langle \text{Mi} \sigma_{33}^{\text{R}} \rangle$ は、マクロ残留応力 σ_{11} および σ_{22} により A2014 と SiCw の弾性係数の相違から生じた残留応力である。式 (13) は、種々の応力成分からなるので $\sigma(0)$ の意味する内容は確定できない。しかし、 $\sigma(0)$ が変化しなければマイクロ残留応力の緩和もないと判断できるのではないかと考えた。測定は、試料を水焼入れ後ただちに測定装置に取り付け、0 (直後)、3, 6, 12, 24 および 48 h 後に $\sin^2 \psi$ 法を用いて測定を行った。 $\sigma(0)$ の変化を 2 回測定した結果、焼き入れ直後の測定値とその後の測定値にはほとんど違いは見られず、時間経過に伴う残留応力 $\sigma(0)$ の変化は認められなかった。この結果は、応力緩和がほとんど現れていないことを示唆している。すなわち、本実験で用いた STWQ 材では、室温放置時間による影響が少ないと予想できる。STWQ 材および T6WQ 材の中性子回折による測定では、焼入れてから測定終了まで、最大約 120 h 経過しており、応力緩和の影響が懸念されたが、その心配はないようである。T6WQ 材は STWQ 材より残留応力が小さく組織も安定なので、より放置時間の影響が少ないと考えられる。

それでは、応力緩和はどのような条件の時に検出できるのかを調べる目的で、さらに熱処理条件を変えて検討を加えた。まず、冷却速度の影響について検討を行った。Table 2 において STWQ 材と STFC 材について中性子回折結果を比較すると、STFC 材の残留弾性ひずみは STWQ 材より低く、冷却速度に依存することが明らかである。STFC 材では、溶体化温度から徐冷したため、冷却中に原子の拡散が起こり、熱応力が緩和されたと考えられる。

次に、溶体化処理後、液体窒素中へ焼入れ、その後、室温の水中に浸漬 (アップクエンチ) した STNQ 材の応力緩和について検討した。STNQ 材についても 3 軸応力測定を行って比較することが望ましいが、熱履歴が異なると基準格子面間隔 d_0 が変化するという問題があり測定が困難である。そこで、ここでは相対的傾向のみを知る目的で $\sin^2 \psi$ 法を用いて $\sigma(0)$ のみを測定した。測定結果によると STNQ 材および STWQ 材の A2014 および SiCw の $\sigma(0)$ は、それぞれ +17 MPa, -35 MPa および +85 MPa, -302 MPa であった。両者を比べると焼き入れ温度差を大きくすることにより明らかに残留応力の減少が現れていると推定される。STNQ 材での応力緩和は、原子の拡散による緩和はほとんど期待できない。したがって、液体窒素に焼入れることにより、熱応力が大きくなり多数の転位が導入されて、緩和が起きたと予測される。この点をさらに検討する目的で、次のような引張試験を行った。

STWQ 材および STNQ 材を 5 本ずつ用意してひずみ速度 $2.78 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で室温で引張試験を行った。その結果、STWQ 材および STNQ 材の 0.2% 耐力の平均値は、それぞれ、333.7 MPa および 340.2 MPa であった。先に示したように STWQ 材の母相には STNQ 材の母相より大きな引張の残留応力が存在する。また、STNQ 材では液体窒素に焼

入れた際に内部応力が大きくなり、その一部が緩和された結果、母相中の転位密度が増加した可能性が高い⁽³⁾。これら2つの原因により、STNQ材の降伏応力はSTWQ材より大きくなると予想される。実験結果で見られる増加量はわずかであるがこの予想と一致している。

以上の結果は、溶体化処理温度から室温への急冷では転位の運動による内部応力の変化は見られず、液体窒素温度へ急冷すると顕著に起きることを示唆している。冷却温度差、言い換えると発生する熱内部応力の大きさと転位の運動による応力緩和の関係については現在検討中である。

IV. 結 言

SiCwがほぼ一方向に配向した22 vol%SiCw/A2014 MMC熱間圧延材に異なる熱処理を施し、X線回折および中性子を用いて残留応力を測定した。X線回折では $\sin^2\psi$ 法と3軸応力解析を行い、中性子回折の結果および等価介在物法による予測と比較した。得られた主な結論は次のようにまとめられる。

(1) X線回折による応力測定は表面近傍のみを対象とするため、母相と強化材の熱膨張率の差によるマイクロ残留応力を評価するにはマクロ残留応力を除去する必要がある。両構成相の弾性係数の相違を取り入れた等価介在物法によりマイクロ残留応力とマクロ残留応力を分離した。マイクロ残留応力に関して表面に垂直方向(X_3)の応力 σ_{33} はゼロとみなせず $\sin^2\psi$ 法では $\sigma_{11}-\langle\sigma_{33}\rangle$ が測定される。すなわち、平面応力場で近似することはできない。

(2) 中性子回折はマイクロ残留応力に最も優れた方法である。内部応力緩和が無視できると思われる場合、その測定結果は等価介在物法による予測値と良く一致する。

(3) 測定に長時間を要する中性子回折実験中での内部応力

緩和の有無について、X線回折を利用して残留応力の相対的变化を調べた結果、応力緩和はほぼ無視できると推定された。同様な相対変化の測定から内部応力緩和は、冷却温度差および冷却速度に依存することを示した。

終わりに、本論文作成に当たって終始励ましてくださいました、山形大学の高橋 寛先生にお礼申し上げます。実験試料の作製については三菱アルミニウム㈱にご協力いただきました。ここに、関係各位に、厚く御礼申し上げます。また、本研究の一部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ことを附記する。

文 献

- (1) 大貫貴久, 友田 陽, 小野正義: 日本金属学会誌, **60**(1996), 56.
- (2) 王 開 疆, 若島健司, 小野正義: 日本金属学会誌, **59**(1995), 525.
- (3) S. K. Hong, H. Tezuka and A. Kamio: Mater. Trans., JIM, **37**(1996), 230.
- (4) 池内保一, 英 崇夫: 中性子線残留応力に関する専門研究会報告書, 京都大学原子炉実験所, (1996), 48.
- (5) C. Genzel, W. Reimers, R. Malek and K. Pohlandt: Mater. Sci. Eng. A, **A205**(1996), 79.
- (6) I. C. Noyan: Metall. Trans. A, **14A**(1983), 249.
- (7) J. D. Eshelby: Proc. Royal. Soc. London, **A241**(1957), 376.
- (8) T. Mori and K. Tanaka: Acta Metall., **21**(1973), 571.
- (9) M. Ono: Proc. Int. Conf. on Strength of Materials, Japan Inst. Metals, (1994), 259.
- (10) 小野正義: 京都大学原子炉実験所第28回学術講演会報文集, (1994), 229.
- (11) 小野正義: 京都大学原子炉実験所第29回学術講演会報文集, (1995), 131.
- (12) G. Arlt and G. R. Schodder: J. Scoust. Soc. Am., **32**(1965), 384.
- (13) T. Ohnuki and Y. Tomota: Scr. Mater., **34**(1996), 713.
- (14) 辛島誠一: 放射線の金属学への応用, 日本金属学会, (1972), 37.