

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年06月17日現在

機関番号：54502
 研究種目：基盤研究(C)
 研究期間：2010～2012
 課題番号：22560096
 研究課題名(和文) タングステンおよび炭素繊維強化チタン複合材料の高温-極低温その場応力測定
 研究課題名(英文) In-situ Residual Stress Measurement of Tungsten or Carbon Fiber Reinforced Titanium Composite under High and Cryogenic Temperature
 研究代表者
 西田 真之 (NISHIDA MASAYUKI)
 神戸市立工業高等専門学校・機械工学科・教授
 研究者番号：80332047

研究成果の概要(和文)：直径100 μm のタングステン繊維を厚さ2mmのチタン薄板上に積層配置し、スポット溶接法を用いてタングステン繊維強化チタン複合材料(以下、W/Ti複合材)を製作した。このW/Ti複合材に発生する残留応力をX線応力測定法を用いた高温その場測定、および中性子応力測定法を用いた極低温その場応力測定により評価した。Ti/W材に発生する応力はTi母材とW繊維の熱膨張係数の差から発生する熱誘起型の残留応力が支配的であることが確認された。

研究成果の概要(英文)：Tungsten fiber reinforced titanium composite (W/Ti composite) was manufactured by the spot welding method. Residual stresses in the W/Ti composite was estimated by the high temperature in-situ x-ray stress measurement and the cryogenic temperature in-situ neutron stress measurement. It was confirmed that the almost generated stresses in the W/Ti composite are the thermal induced stresses, and depend on the thermal expansion mismatch between the tungsten fiber and the titanium matrix.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
2012年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：複合材料，熱応力，X線応力測定，中性子応力測定，高温-極低温その場測定

1. 研究開始当初の背景

チタンはアルミニウムに近い軽さとステンレスを超える強度を持つことから、航空・宇宙材料などの分野で従来から注目され、より軽くより強い材料の開発が求められている。この中で繊維強化されたチタン複合材料への期待は大きい。

チタンが厳しい環境下で使用される場合、材料に対して繰返して機械的負荷や熱的負

荷が掛かることが想定される。繊維強化材料中には製造時に熱誘起型の残留応力が存在していることから、外的な負荷とあいまって非常に複雑な応力分布が発生すると考えられる。このような応力分布および応力変化を“非破壊的にその場測定”したデータは世界的にも極めて少なく(繊維強化チタン複合材料においては皆無である)重要なテーマである。このような背景から、本研究ではX線お

よび中性子線を使用し、高温および極低温下での繰返し熱負荷による応力変化を非破壊的に評価する。

2. 研究の目的

タングステン繊維で強化したチタン複合材料の製作と熱応力評価が目的である。

(1) タングステン繊維強化チタン複合材料を製作する。従来の方法では真空チャンバーおよび高温炉などの大型設備が必要なため、簡便で製作時間の短い制作方法を検討する。

(2) 製作された繊維強化チタン複合材料の初期残留応力の評価をX線および中性子を用いて行う。X線は既存の実験室X線回折装置を、また中性子応力測定はインドネシア原子力研究所の中性子回折装置を使用する。

(3) 厳しい温度条件下で使用されることを想定し、高温および極低温の熱サイクル下での残留応力変化をその場測定で評価する。これにより極限環境で使用されるW/Ti複合材料の可能性と限界を探る。

3. 研究の方法

(1) W/Ti 複合材の製作

一般的に用いられる電気抵抗式スポット溶接機（以下、スポット溶接）を用いてチタン母材を長繊維のタングステン繊維で強化したW/Ti複合材を製作する。この手法を用いることで大型のチャンバーや高温炉を用いずにW/Ti複合材料の製作を可能とし、さらに試料の製作時間も従来の方法に比べ短縮する。

(2) X線による高温その場応力測定

ゴニオメータに装着した高温炉中にW/Ti複合材をセットしX線高温その場応力測定を行う。Fig.1に本研究で使用した温度プログラムの一例を示す。

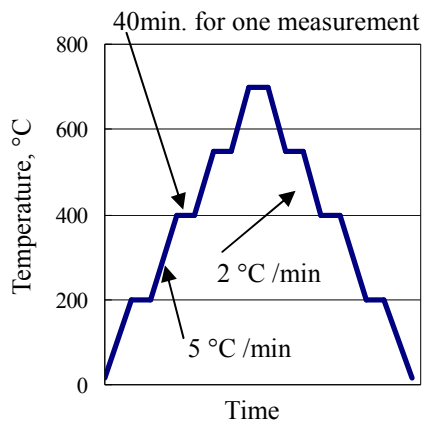


Fig. 1 One example of the temperature program for the in-situ stress measurement. This program is for the tungsten fiber in W/Ti composite.

測定は製作したW/Ti複合材を2つに切り分け、エメリー研磨により長手方向にタングステン繊維を露出させた試料の表面に対して行う。タングステン繊維は室温から700°C、チタン母材は室温から500°Cの温度範囲で3サイクルの繰返し熱負荷を与え、その場応力測定を行う。測定方法はX線応力測定では一般的な $\sin^2\psi$ 法を用いた。Table 1にX線高温その場応力測定条件を示す。

Table 1 Conditions of x-ray high temperature in-situ stress measurement.

Characteristic x-rays	CuK α
X-ray optics	Parallel beam
Tube voltage and Tube current	40kV, 25mA
$\sin^2\psi$	0, 0.5, 0.6, 0.7
<i>hkl</i> plane & diffraction angle	W 321, $2\theta=131.1^\circ$, Ti 213, $2\theta=139.3^\circ$
2θ step angle & fixed time	W: 0.2° , 40sec., Ti: 0.1° , 90sec.
Filter	Nikkel
Irradiated area	10 \times 5 mm
Peak deciding method	FWHM method
Young's modulus: <i>E</i> & Poisson's ratio: ν	W: $E=402.5\text{GPa}$, $\nu=0.28$ Ti: $E=113.1\text{GPa}$, $\nu=0.32$

(3) 中性子による極低温その場応力測定

インドネシア原子力研究所（BATAN）に設置された中性子回折装置DN1に2次元ディテクターおよび極低温冷却装置を設置して、極低温その場中性子応力測定を行う。Table2に測定条件を示す。温度範囲は10K~300Kとし、(2)のX線による測定と同様の極低温温度プログラムで6サイクル繰返し熱負荷を与え、その場応力測定を行う。応力計算には一般的なHookeの式を用いた3軸応力測定法を使用し、

Table 2. Conditions of neutron cryogenic temperature in-situ stress measurement.

Wave length measurement by zero-dimensional detector	NBS 640B Si powder Diffraction planes: 111, 220, 311, 400, 331 $\lambda = 0.18301$ nm
2D detector pixel	256 \times 256 pixel
Resolution	0.0038 deg./pix.
Reactor power	15 MW
<i>hkl</i> plane, diffraction angle	Ti 103, $2\theta= 86.5^\circ$ W 220, $2\theta= 111^\circ$
Young's modulus <i>E</i> Poisson's ratio ν	Ti: $E=114.7\text{GPa}$, $\nu=0.3$ W: $E=402.5\text{GPa}$, $\nu=0.3$
Slit system	Incident slit : 3 \times 10 mm Receiving slit :open
Measurement time	Ti: 2700 sec./profile W: 900 sec./profile

繊維長手方向の応力を評価する。

測定に必要な無ひずみ状態の格子間隔 d_0 は、それぞれ真空炉中で焼鈍したタングステン繊維およびチタン母材よりあらかじめ測定し求める。また、詳細は紙面の関係で省略するが、熱収縮による d_0 の変化は産業技術総合研究所のデータベースからチタンおよびタングステンの線膨張係数を引用し、各温度での d_0 を計算から求めて使用した。

4. 研究成果

(1) 当初予定していた鋳型にタングステン繊維を設置し、熔融したチタンを流し込む鋳造法では、熔融チタンの活性が極めて高いことからタングステン繊維がチタン中に拡散して消失してしまうことが明らかになった。このため、新たにスポット溶接による製作方法を考案し、タングステン繊維を7層まで積層した W/Ti 複合材の製作に成功した。タングステン繊維とチタン母材の接合状態も良好で、さらに、製作時間は従来の大掛かりな装置を使用する鋳造法よりも短い時間で製作が可能となった。

Fig.2(a),(b)にスポット溶接を用いた W/Ti 複合材の製作手順を示す。本研究では厚さ 0.5mm のチタン板にタングステン繊維を均等に巻き付け、両側から厚さ 0.2mm のチタン板材で挟んだ状態でスポット溶接を行った。スポット溶接は局所的な溶接であり、広い面積を均一に溶接接合するには不向きである。

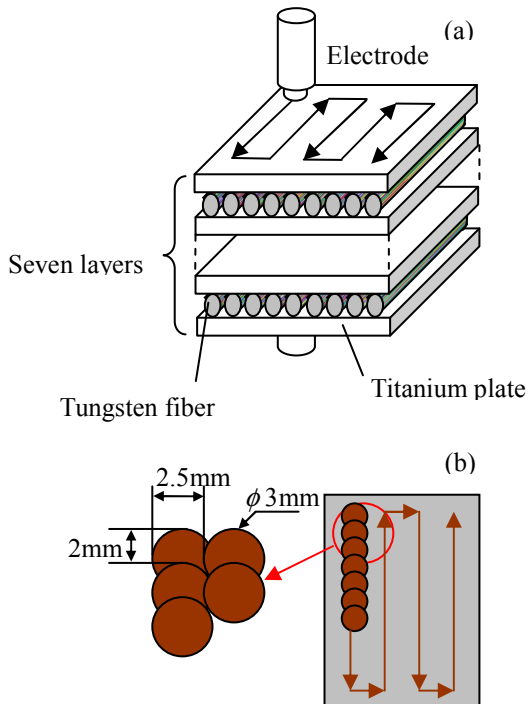


Fig. 2 Schematic diagram of; (a) the manufacturing procedure by the spot welding method, (b) the spot welding positions which define the coverage for W/Ti composite.

そのため試料の全面を埋め尽くす形でスポット溶接を繰り返しておこない、試料全面の溶接を行った。Fig.1(b)はスポット溶接による溶接位置を示している。直径約 3mm の溶接痕となるスポット溶接を Fig.1(b)に示す重なりを繰り返しながら全面に施した。この際のカバレッジ（試料表面に対する総溶接面積）は約 150%、最終的に試料全体に対するタングステン繊維の体積割合は約 5%となった。さらに積層数はタングステン繊維が7層までの複合材の製作に成功した。スポット溶接による製作時間は約 20 分であり、極めて短時間で製作が可能であった。製作した試料は X 線および中性子応力測定の際に X 線用の高温炉および中性子用のクライオスタット内部にセットすることを考慮してファインカッターで切断し、最終寸法は 12mm × 12mm、厚さ 7mm とした。

Fig.3 に製作した W/Ti 複合材の製作時の外観および光学顕微鏡による観察結果を示す。なお、詳細は省略するが、SEM 観察およびタングステン繊維とチタン母材の境界領域の元素成分分析からも良好な接合状態が確認された。

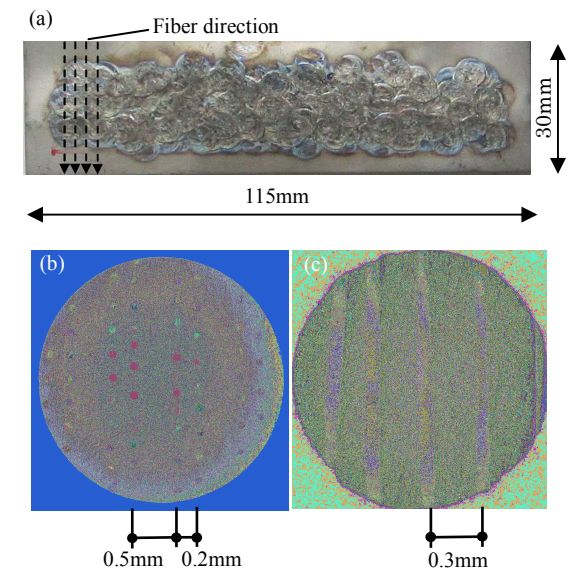


Fig.3 Photographs of the W/Ti composite; (a) a lot of indentations by the spot welding were observed on the sample surface, (b) a microphotograph of the cross section of W/Ti composite, (c) the specimen surface polished by #1500 emery paper.

(2) X 線による高温その場応力測定においてタングステン繊維およびチタン母材の双方の応力変化の測定に成功した。測定値は簡単な一軸引張の弾性計算式で求めた値と定性的によい一致を示し、タングステン繊維とチタン母材の熱膨張係数差から発生する熱誘起型の残留応力が支配的であることが確認

された。

Fig.4 はタングステン繊維の X 線高温その場応力測定の結果である。図中の破線は初期状態から最初の昇温過程を示し、その後の昇温・降温過程は実線で示している。タングステンの初期残留応力は約-810MPa の圧縮状態であり、温度上昇とともに圧縮応力は減少し、600°C でほぼゼロとなり 700°C まで応力ゼロの状態を保持する。その後の温度降下で再び圧縮へと移行し、室温では-1200MPa の大きな圧縮応力となっている。その後の熱サイクル過程では昇温過程および降温過程ともにほぼ同じ経路を直線的に往復することが確認できる。この現象はエメリー研磨によって発生した圧縮の初期残留応力が過熱により 600°C で完全に開放され、700°C からの降温過程ではタングステン繊維とチタン母材の熱膨張係数差に起因する熱応力が支配的になったと考えられる。その結果、その後の熱サイクルにおいて熱応力はほぼ同じ経路を往復すると考えられる。

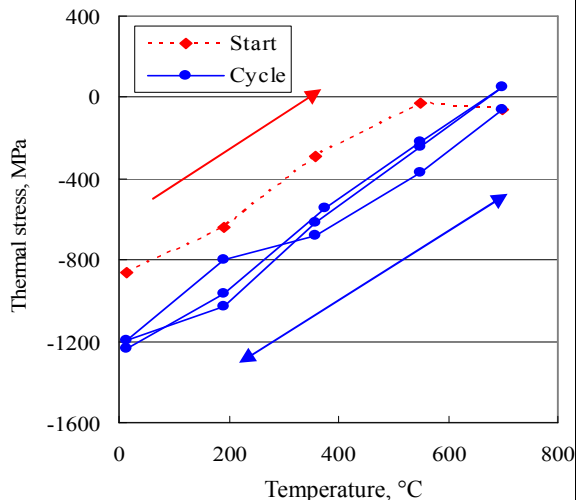


Fig.4 Measurement results of the thermal stress alteration in tungsten fiber under the thermal cycling from 15°C to 700°C. The result of the first heat up stage is plotted the dotted line. The solid lines are the result of thermal cycling after the first heat up stage.

Fig.5 はチタン母材の熱応力その場測定の結果である。Fig.4 と同様に図中の破線は初期状態からの変化、実線はその後の熱サイクルを示している。エメリー研磨による初期残留応力は約-280MPa の圧縮状態であり、初期の 200°C までの加熱で約-50MPa まで減少する。さらに 500°C の加熱では 40MPa の引張応力に転じる。その後の降温過程および昇温過程では 50MPa~40MPa 間をほぼ同じ経路を通過して直線的に変化することが確認できる。Fig.4 の結果と同様に初期の変化は加熱による初期残留応力の開放が原因であり、その後の熱

サイクルではタングステン繊維とチタン母材の熱膨張差に起因する熱残留応力が支配的になっていると考えられる。さらに、Fig.4 のタングステン繊維の場合は熱サイクル終了後には-1200MPa の大きな圧縮応力で安定するが、Fig.5 のチタン母材の場合は 50MPa 程度の引張応力で安定する。この応力値の絶対値の差はタングステン繊維の体積率およびタングステンとチタンとの弾性定数の差が原因と考えられる。ここでタングステン繊維が大きな圧縮応力、チタン母材がやや小さな引張応力となることは定性的には推測される傾向である。

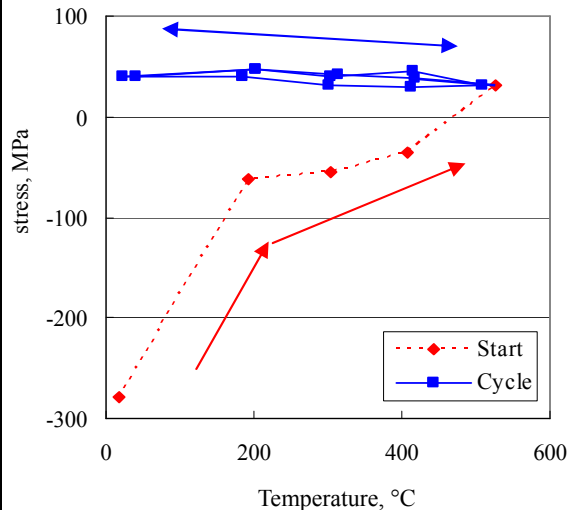


Fig.5 Measurement results of the thermal stress alteration in titanium matrix under the thermal cycling from 15°C to 500°C. The first heat up stage and the other cycling are as well as Fig.4.

これらの傾向を確認するために、タングステンとチタンが接合された簡単な一軸モデルを用いて弾性計算を行った。計算に使用した式(1)は単純にタングステンとチタンの熱膨張係数、体積率およびヤング率の差により発生する熱応力を求める式である。

$$\sigma_w = \frac{E_w E_{Ti} V_{Ti}}{E_w V_w + E_{Ti} V_{Ti}} (\alpha_w - \alpha_{Ti}) \Delta T \quad (1)$$

$$\sigma_{Ti} = \frac{E_w E_{Ti} V_w}{E_w V_w + E_{Ti} V_{Ti}} (\alpha_w - \alpha_{Ti}) \Delta T$$

この式で添え字はタングステンとチタンを示し、 E 、 α 、 ΔT 、 V はそれぞれヤング率、熱膨張係数、温度差、体積率を示す。また、この計算においてタングステン繊維の堆積率は 5%とし、弾性計算の初期値は実験結果に合わせて、チタン母材が 500°C で 40MPa、タングステン繊維が 700°C で 0MPa から始まると仮定して計算を行った。

Fig.6 は式(1)による計算結果と実験値を比較した結果である。破線は弾性計算の結果であり、実線は実験値である。この実験値は初

期の応力変化を除いた各温度において3回の熱サイクルの平均値をプロットしたものである。引張応力側がチタン母材であり、圧縮応力側がタングステン繊維の結果である。この結果より、計算結果および実験の平均値ともにチタン母材は引張の熱応力を示し、タングステン繊維は圧縮の熱応力となっている。さらに温度の上昇とともにタングステン繊維の圧縮応力およびチタン母材の引張応力はそれぞれ0MPaに近づくことが確認できる。このように熱応力の変化は弾性計算による結果と実験結果は定性的に一致することが確認できる。一方、定量的には、特に室温でのタングステン繊維およびチタン母材の応力値は計算値と実験結果では一致していない。弾性計算の結果がタングステン繊維は約200MPa、チタン母材では10MPaそれぞれ引張方向にシフトしている。これらの原因は計算に用いたパラメータが温度依存性を考慮していないことなどが考えられるが、今後これら定量的な違いの原因調査を続ける予定である。

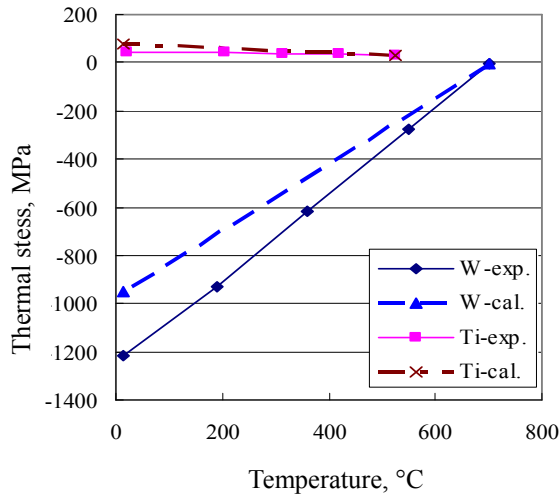


Fig.6 Comparison of results for the elastic calculation and the experimental in the tungsten fiber and the titanium matrix.

(3) 中性子による極低温その場応力測定に成功した。2次元ディテクターの採用により従来の約10倍の速度で応力測定が可能となり、詳細な中性子による極低温その場応力測定の結果が得られた。W/Ti内部ではヒステリシスループを示す応力変化が確認され、塑性変形の存在が示唆された。また、測定結果はX線の測定結果と同様に単純な弾性計算と定性的に一致し、低温領域においてもタングステン繊維とチタン母材の熱膨張係数差から発生する熱誘起型の残留応力が支配的であることが確認された。

中性子による応力測定においてもタングステン繊維とチタン母材の双方の測定が可能であった。特に、サンプル中のタングステ

ン繊維の体積率は約5%と少ない割合であるが測定時間はチタン母材の1/3の約15分で完了する。これは、これまでの測定結果より繊維強化材中のタングステン繊維は強い110配向を有することが知られている。そのことを考慮して本研究の測定では $2\theta = 111^\circ$ に出現するタングステンの220回折を利用することで十分な強度の回折線を得ることができた。

Fig.7に本研究で測定した中性子による応力測定の結果を示す。この図において上がチタン母材の応力変化、下がタングステン繊維の結果となっている。図中の矢印は温度の下降と上昇の経路をあらわしている。

まず、チタン母材の応力変化においては、初期状態で約50MPaの引張の残留応力状態であり、温度の低下とともに200K~100Kの付近では若干残留応力の値が増加する。しかし10Kの最低温では逆に応力が減少して50MPa程度の応力値にもどっている。次の温度の上昇過程では応力が減少する傾向が確認できる。その後の温度の下降と上昇では異なる経路を通り、全体としてはヒステリシスループを描くことがわかる。次にタングステン繊維の応力変化を見ると、初期状態は約1130MPaの大きな圧縮の残留応力状態であり、温度の低下とともにさらに圧縮残留応力が大きくなることが確認できる。温度の上昇過程では圧縮残留応力は小さくなる傾向を示すが、その経路は温度が低下する場合とは異なる経路を通り、ヒステリシスループを描いていることがわかる。Fig.8はFig.7で示した各温度での応力の平均値をプロットしたものであり、ヒステリシスループが強調され

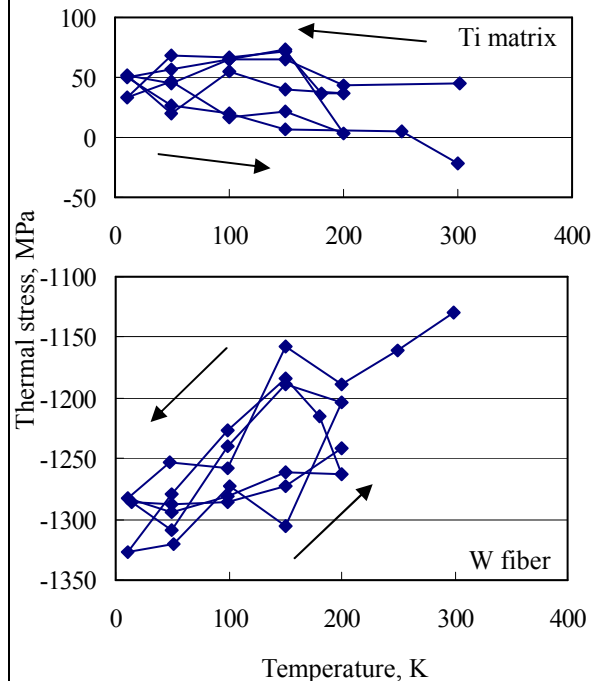


Fig.7 Results of neutron in-situ stress measurement under the low temperature cycling.

はっきりと確認できる。チタン母材とタングステン繊維の応力変化は、残留応力のバランスから考えて図中の各温度において上下対称の応力変化を示すと考えられる。測定結果においても温度の低下とともにチタン母材に発生する残留応力は引張側にシフトする傾向であり、逆にタングステン繊維側は圧縮にシフトする上下対称の傾向を示している。ことから全体の傾向としては、残留応力のバランスを反映した結果が得られている。

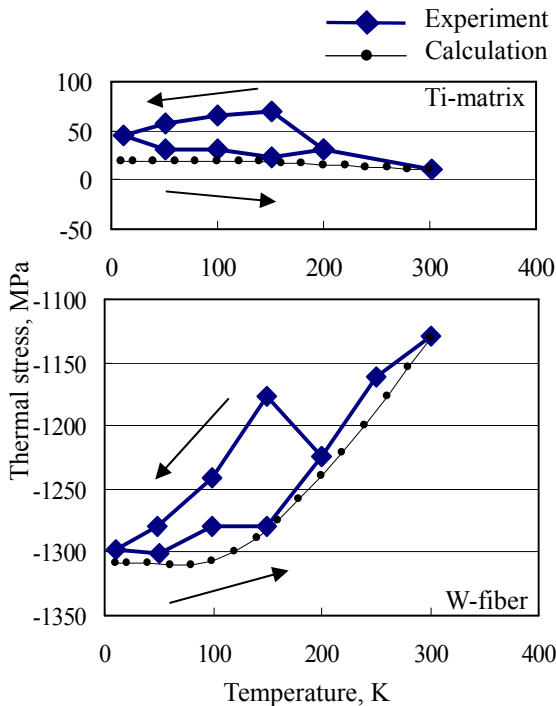


Fig.8 Results of neutron in-situ stress measurement under the low temperature cycling. These data were averaged in each temperature and heat up-down stages.

また、図中には X 線の場合と同様に式(1)で示す単純な一軸モデルにおける熱弾性計算の結果を同時にプロットしている。熱膨張係数は実験時の応力計算と同様の温度依存性を考慮し、また、タングステン繊維の堆積率は 5%としている。弾性計算の室温 (300K) での初期値は実験結果に合わせて、チタン母材が 10MPa、タングステン繊維が-1130MPa から始まると仮定している。

弾性計算の結果は実験結果と定性的に一致し、温度の低下とともにチタン母材の残留応力は引張側にシフトし、タングステン繊維の場合は圧縮側にシフトする。また、定量的な結果を比較した場合、チタン母材およびタングステン繊維とともに温度上昇時の曲線とよく一致していることが確認できる。このようなヒステリシスループの一方の経路に弾性計算の結果が一致する理由は今のところ詳細は不明であるが、初期温度の設定および

パラメータの温度依存、さらに、応力変化がヒステリシスループを示していることから材料中に塑性変形が生じていることが示唆されるため、塑性変形を考慮した計算が必要であると考えられる。今後さらに詳細な測定実験で確認する必要がある。

(4) 当初炭素繊維を用いた複合材料も同様の手法で製作する予定であったが、良好な試料を製作するには至らなかった。そのため、上述の W/Ti 複合材の結果をもって報告とする。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 3 件)

① MASAYUKI Nishida, MASASHI Haneoka, TATSUYA Matsue, TIAN Jing and TAKAO Hanabusa, Thermal Stress Estimation of Tungsten Fiber Reinforced Titanium Composite by In-situ X-ray Diffraction Method, Materials Science Forum, 査読有, inpress.

② 西田真之, タングステン繊維強化チタン複合材料の X 線 3 軸応力評価, 神戸市立工業高等専門学校研究紀要, 査読有, 第 51 号, 2013, pp. 1-6

[学会発表] (計 13 件)

① 西田真之, M. Refai, 羽子岡督祥, 田寛, 松英達也, 英崇夫, W/Ti 複合材料の極低温サイクルにおける中性子応力測定, 第 47 回 X 線材料強度に関するシンポジウム, 2013 年 07 月 18 日~2013 年 07 月 19 日, 東京.

② Masayuki Nishida, Masashi HANEOKA, Tatsuya MATSUE, Tian JING and Takao HANABUSA, Thermal Stress Estimation of Tungsten Fiber Reinforced Titanium Composite by In-situ X-ray Diffraction Method, 7th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics, Nov. 8~11, 2012, Taipei, Taiwan.

③ 西田真之, 羽子岡督祥, 松英達也, 英崇夫, タングステン繊維強化チタン複合材料の X 線 3 軸応力評価, 第 46 回 X 線材料強度に関するシンポジウム, 2012 年 07 月 05 日~2012 年 07 月 06 日, 京都.

④ Masayuki Nishida, Masashi Haneoka, Ryoji Hirai, Tatsuya Matsue and Takao Hanabusa, In-situ Thermal Stress Measurement of Tungsten fiber Reinforced Titanium Composite by X-ray Diffraction, The 12th World Conference on Titanium, June 19~25, 2011, Beijing, China.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

西田 真之 (NISHIDA MASAYUKI)

神戸市立工業高等専門学校

機械工学科・教授

研究者番号：80332047