

小片試料を用いる弾性定数及び内部摩擦自動測定装置の試作

平尾一之*, 岡野和之*, 曾我直弘*

(昭和55年7月16日受理)

The Automatic Measurement Method for Elastic Constants and Internal Friction of Small Specimens

Kazuyuki Hirao, Kazuyuki Okano and Naohiro Soga

An automatic system for measuring elastic constants and internal friction on glasses and ceramics as a function of temperature was constructed by employing the concept of the cube resonance method. The system consists of a mini-computer, a frequency synthesizer, a transducer, a digital voltmeter and a plotter, all of which are connected with bus line. It can send a receiver any signal from 100 Hz to 20 MHz with a resolution of 1 mHz. The measuring was made on several cube and a parallel piped on-shaped specimens of 1~5 mm size, and the resultant spectra for silica glass were analyzed by a newly made computer program to obtain elastic constants and internal friction. The results agreed well with those given in a literature, independent of specimen size. An internal friction for silica glass was varied as a function of water content.

1. 緒 言

ガラスやセラミック多結晶体の弾性定数や内部摩擦の温度変化を測定することは、これらの材料評価のために極めて重要である。筆者ら¹⁾は、これまで棒状試料共振法、超音波干渉法、球振動法、立方体振動法などによる音速、弾性定数及び内部摩擦の測定を行なってきたが、共振法では長さ5 cm程度、超音波干渉法では長さ1 cm程度、球振動法や既存の立方体振動法では数mm程度の大きさの試料を必要とするのが普通である。本研究では、これらの装置に改良を加え、1 mm程度の小片試料を用いて、広い温度域における弾性定数や内部摩擦を自動的に精度良く測定出来るシステムを試作することを目的とした。本研究では特に試料作製が比較的容易な立方体振動法を対象とし、試作した自動測定装置の有用性を検討した。又、試料としてはオプティカルファイバークラス

を用い、含有水分量に対する内部摩擦の変化についても調べた。

2. 立方体共振法と弾性定数及び内部摩擦

ガラスに応力を加えると弾性歪が生じるが、一部は原子の移動、拡散、格子の熱エネルギーなどとして消費される。これらのエネルギーの移動には時間がかかるため、時間依存性をもつ擬弾性という現象が生じ、内部摩擦と呼ばれるエネルギー損失として検出される。この内部摩擦の測定法には超音波減衰法、自動振動法等があるが、本研究で用いた立方体共振法では弾性定数と同時に測定することが可能である。共振法は、一定の形状をもった試料の力学的スペクトロスコーピーであって、共振スペクトルが弾性体試料の形状と弾性定数に依存するという事を利用する。実際には、スペクトルから弾性定数を直接求めることは困難であるので、仮定の弾性定数をもとに計算される理論的な共振スペクトルと、実験によって得られるスペクトルを比較し、両者が一致するように、弾性定数の逐次修正をくり返して弾性定数を求めるインバージョンの方法をとる。そのため、かなり複雑で困難な

* 京都大学工学部工業化学教室：京都市左京区吉田本町
〒606

Department of Industrial Chemistry, Kyoto
University, Yoshida Honmachi, Kyoto 606

計算を行なう必要がある。

最近, Demarest²⁾は, 立方晶系の立方体の共振スペクトルを, すべてのモードにわたって計算できる方法を見出した。この理論は変分法に基づいて, Rayleigh-Ritz法を適用し, 変位を展開する関数として, Legendreの多項式を用い, 固有値問題を解決した事にある。つまり, この方法を用いると立方体, 或いは直方体の形状をもつ, 弾性体の自由振動の問題を, 斜方晶系以上の対称をもつ結晶にまで拡張して解くことができる。実際の計算に際しては, 弾性体の対称に基づく変位の等価性を考慮することにより, 多項式の行列をいくつかの小行列に分解して固有値を求める。この事は計算量を減少させると共に, 振動モードを分類するという意味をもち重要である。ガラスなどの弾性的等方体では, X, Y, Z 軸によって区別されているものが一つになり, 結局四つの振動モード, EV (TORSION), OD (DILATION), EF (FLEXURE), OS (SHEAR) が存在する事になる。Rayleigh-Ritz法では, 小行列の数が少なすぎると真の値より, 大きい値が得られるという事が知られており, Demarest²⁾や大野⁸⁾は, 60 以上, 必要であるとしている。等方体では, 弾性定数は, 方向によらず一定のため, 行列式は規格化でき, 弾性定数として, ポアソン比のみを含む行列を作ることができる。この行列を用いて, 各ポアソン比につき, 固有値を計算し, $a_n = f_n \pi L / \sqrt{C/\rho}$ 式 (a_n : 無次元周波数, f_n : 共鳴周波数, ρ : 密度, C : 弾性定数, L : 試料の長さ) で与えられる無次元周波数とポアソン比のグラフを作成しておく事により, 弾性定数の決定が容易になる。このグラフを図1に示す。ここで必要な数値計算は, 固有値問題の代表的数値解法である Jacobi法を用いた。この Jacobi法は, 直交変換をくり返して, すべての固有値を求める方法である。図1において, ポアソン比の決定は, 無次元周波数が, ポアソン比により大きく変化する EF-2 (TORSION), OS-2 (SHEAR), OD-2 並びに OD-3 (DILATION) の各モードを用い, 横波 V_s の決定は, 逆にその変化がほぼゼロに近い, EV-1, OD-1 の各モードを用いた (図1)。別の方法として, 計算機を用い, 理論スペクトル $f_{cal,n}$ を, 実験スペクトル $f_{obs,n}$ に合うように弾性定数の値 C_{ij} を逐次修正し, 実験スペクトルのピークのそれぞれが, 理論スペクトルのどのモードに対応するかを固定する方法がある。つまり, 弾性定数を決定するには, 初めに試みに弾性定数 C_{ij} を与えて理論スペクトル $f_{cal,n}$ を計算し, 実験スペクトルと比べ, その差が小さくなるように, 弾性定数の値を修正する。これをくり返して両者の差 ΔC_{ij} が十分小さくなった時, それを弾性定数の答とする。この手続の方法をフローチャートで示すと図2のよ

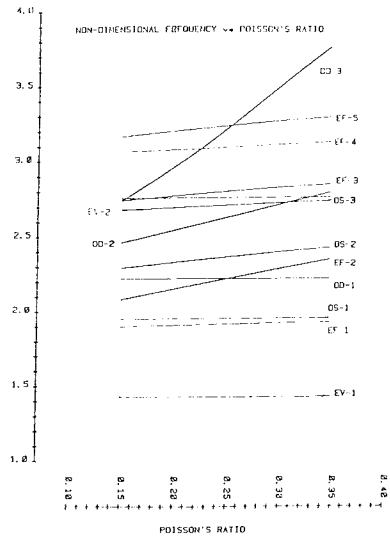


Fig. 1 Non-dimensional frequency plot for Poisson's ratio

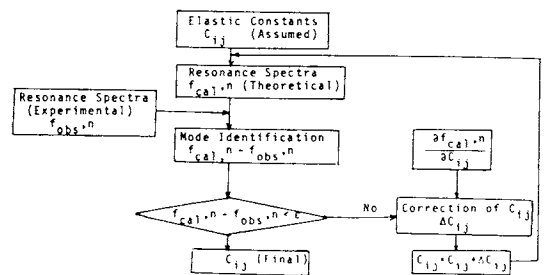


Fig. 2 Flow chart of elastic constants Determination

うになる。用いる連立方程式は,

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial f_1}{\partial C_{11}} \Delta C_{11} + \frac{\partial f_1}{\partial C_{12}} \Delta C_{12} + \dots = \Delta f_1 \\ \frac{\partial f_2}{\partial C_{11}} \Delta C_{11} + \frac{\partial f_2}{\partial C_{12}} \Delta C_{12} + \dots = \Delta f_2 \end{aligned} \right\} \text{である。}$$

一方内部摩擦は自由振動下における対数減衰と関係しており, 共鳴エネルギー幅と共鳴振動数の比として表わすことが出来る。従って, 共振スペクトルを書かせる時に共鳴ピークの周辺で周波数を変動させ, 共鳴ピークの強度が半分になる所の周波数を求めることにより内部摩擦の値を計算する。なお, 内部摩擦には種々の原因があり, 振動の形式によりそれぞれの寄与が異なるため, モードにより測定値は一致しないのが普通である。その解釈には原因についての充分な知識が必要である。

3. 測定装置と試料

測定装置の概要を図3に示す。シンセサイザーから正弦波をトランスデューサーに与え, これを機械的振動に

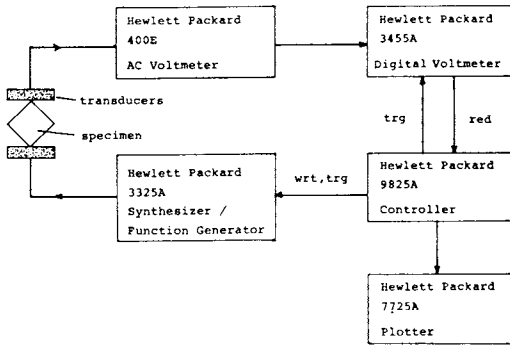


Fig. 3 Measurement system for cube resonance method

変換し、試料を共鳴させる。試料の共鳴はもう一つのトランスデューサーで検出し、ACボルトメータで直流電圧に変換し、デジタルボルトメータに入力する。直流変換は、デジタルボルトメータのサンプリングレートの関係上、測定を迅速、正確に行なう為、不可欠である。計算機は、この時のデジタルボルトメータの指示値を読み取り、メモリにストアする。以上の動作のくり返しにより、任意の周波数範囲を掃引するが、この際、共鳴ピークを見つける為にモニターとして、オシロスコープを用いた。又、この掃引の間、得られるスペクトルを、プロッタにプロットさせた。なお、掃引時間は、毎秒2 Hzである。石英ガラス(試料No.4250)のスペクトルの一例を図4に示す。この図において、横軸は、周波数、縦軸は、振幅強度を表わしている。実験に用いた試料は、立方体、又は直方体に成形したもので、5.191mm×5.192mm×5.198mmの立方体及び5.995mm×5.372mm×4.283mmの直方体の石英ガラスである。又、小片試料として、1片1.724mmに成型した市販の石英ガラスも用いた。なお、試料として用いた石英ガラスは、住友電工製の光ファイバー用ガラスで、その分析値は試料No.4250でH₂O 500 ppmであり、試料No.1では、0.4 ppm以下であった。試料は2枚のトランスデューサー(村田製作所製、BaTiO₃の縦波型2MHz)にはさみ、信号を同軸ケーブルに通して伝える。これらの試料支持部分は、真ちゅう製のケージを用いて支持し、フランジにとりつけ、全体を温度制御の出来るクライオスタット中に入れる。又、トランスデューサーの同軸コネクタ端子への取り付けは、アルミ箔で包みこむようにして行なった。測定は、試料を2枚のトランスデューサーの間に軽く支持し、一方の振動子にゲートされた正弦波を加えて振動させる。もし、正弦波の周波数が試料の共鳴周波数の一つに一致すれば、もう一方の振動子からの出力に波形があらわれる。正弦波の周波数を連続的に変化させ、出力波

形の振幅が極大になる周波数を求めて、試料の実験スペクトルが得られるわけである。

4. 結果および考察

石英ガラス試料(No.4250)の実験スペクトルを図4に示した。これらの共振スペクトルは、かなり鋭いピークをもち、内部摩擦の値が小さいことがわかる。これらの各モードのピークの値を共振法の原理の項で述べた a_n とポアソン比の関係の図を用い、同定した⁴⁾。その結果を図5に黒丸で示すが、どのモードもポアソン比0.169に対して、一直線上に並び、この方法が適用出来る事を示している。横波速度 V_s の決定には、 a_n がポアソン比により変化しないモードを用いる。即ち、EV-1、又は、OD-1モードを使うのが妥当であると考えられる。EV-1モードを用いると、 V_s の値は、3.7704kms⁻¹となり、OD-1モードを用いると、3.7601kms⁻¹となる。

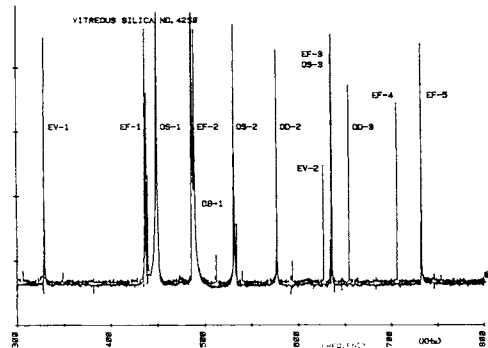


Fig. 4 Frequency spectra for vitreous silica No. 4250

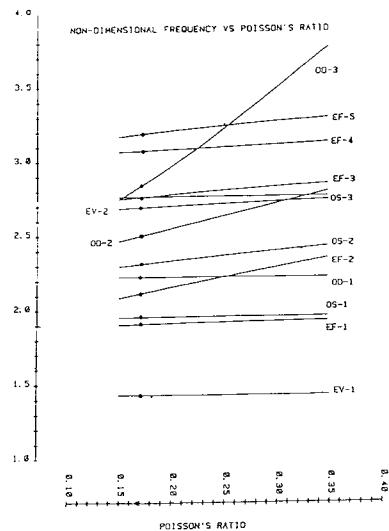


Fig. 5 Non-dimensional frequency plot for vitreous silica No. 4250

FUSED SILICA NO. 4250

MODE	FREQ. (KHz)	A_n		
EV-1	330.10	1.4285		
EF-1	438.58	1.8979		
OS-1	449.21	1.9439		
EF-2	487.79	2.1109		
OD-1	511.92	2.2153	V_s (km/s)	3.7653
OS-2	533.09	2.3069	POISSON'S RATIO	0.1692
OD-2	577.24	2.4980	SHEAR MODULUS	313.32 (Kbar)
EV-2	626.92	2.7130	YOUNG'S MODULUS	731.92 (Kbar)
OS-3	635.53	2.7502	BULK MODULUS	367.64 (Kbar)
EF-3	636.01	2.7523		
OD-3	654.58	2.8327		
EF-4	705.05	3.0545		
EF-5	732.31	3.1691		

Fig. 6 Elastic data for vitreous silica No. 4250

したがって V_s は、その平均値より 3.7653 km s^{-1} とした。ポアソン比の正確な決定には、 a_n がポアソン比により大きく変化するモードを用いるべきであり、ここでは、EF-2、OS-2、OD-2、OD-3のモードを使い、その平均として、0.169という値を得、文献値⁶⁾と一致している。これより、他の弾性率の値は、縦波速度 $V_p = 5.966 \text{ km s}^{-1}$ 、剛性率 313.3 kbar、ヤング率 732.0 kbar、体積弾性率 367.6 kbarとなる。結果を図6にまとめて示した。

一方、内部摩擦の温度依存性を求める為、No. 4250の実験スペクトルの中で、300 kHzと600 kHzの近くにあるEV-1モードとOD-2モードを選んで共鳴周波数の温度依存性を測定した。図7にEV-1モードの変化を77 K～320 Kの温度範囲で示すが、温度の変化に対して、共鳴周波数は、ほぼ直線的に変化することがわかる。この石英ガラスは、 SiO_4 正四面体で作られる骨格が開放構造をとる為、種々の異常性、例えば、負の熱膨張係数、体積弾性率の負の圧力係数、体積弾性率の正の温度係数等を有するが、今回の測定においても同様の結果が得られた。又、No. 1の石英ガラス試料及び1片1.724 mm立方体に成形した市販の石英ガラスの弾性定数及びその温度変化も、No. 4250の試料と誤差内で一致した。この結

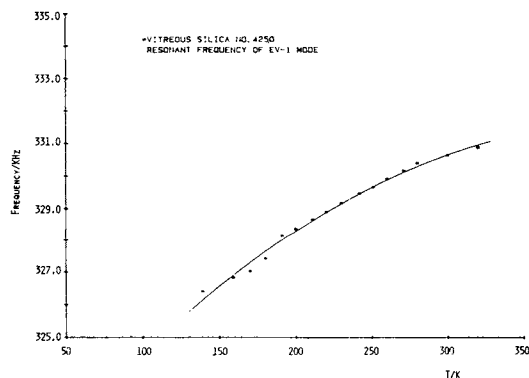


Fig. 7 Resonant frequency of EV-1 mode for vitreous silica No. 4250

果から、本研究で試作した装置を用いると、試料の大きさによらず1 mm程度の薄片でも充分精度良く弾性定数とその温度依存性を測定できることがわかった。次に、No. 4250の石英ガラスの内部摩擦の値 Q_n^{-1} をEV-1モードから求め、温度変化に対して図8に示した。ここで、 Q_n^{-1} は、共鳴ピークの半エネルギー幅で、実験的に求められる量である⁶⁾。この図から明らかな様に、温度の低下と共に、 Q_n^{-1} 値は、

わずかに起伏をもって変化するが、150 K以下になると急激に増大した。水分の少ないNo. 1の石英ガラスのEV-1モードから求めた Q_n^{-1} 値を図9に示す。230 K付近で小さなピークをもっているが、含有水の大きい試料No. 4250のEV-1モードでは、更に大きなピークをもっていることより、プロトンの関与する低温ピークに相当すると考えられ、水分の影響が、ガラスの内部摩擦に影響を与えることがわかった。今後の測定でこのピークが、

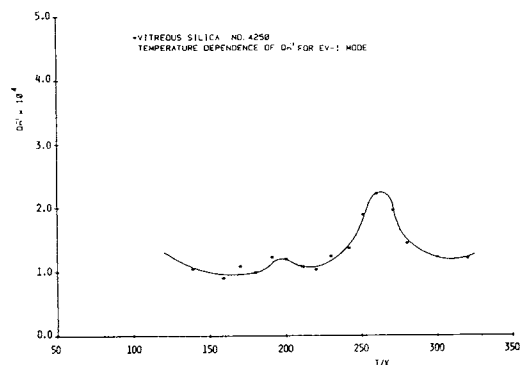


Fig. 8 Temperature dependence of Q_n^{-1} for EV-1 mode (No. 4250)

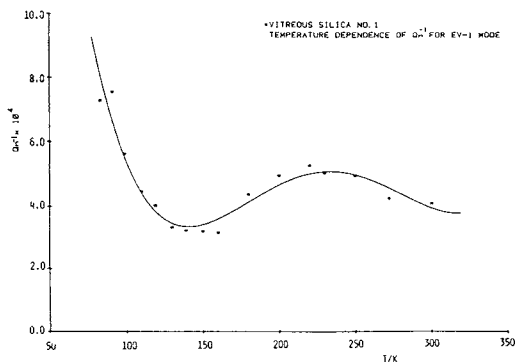


Fig. 9 Temperature dependence of Q_n^{-1} for EV-1 mode (No. 1)

どの程度の大きさであり、どの様な変化をするのかを明らかにし、オプティカルファイバグラスの品質向上の一助としたいと考えている。

5. おわりに

本研究では小片試料を用いる弾性定数及び内部摩擦自動測定装置として、立方体共振法に適した計測システムを組立てると共に、計算機を用いて解析する方法を確立した。その結果mm単位の小片でも充分精度良く弾性定数及び内部摩擦の温度変化を測定出来ることを確かめた。

文 献

- 1) 曾我直弘, “弾性的性質”, ガラスハンドブック, 朝倉書店, 664 (1975)
- 2) H. H. Demarest, *J. Acoustical Society of America* **49**, 768 (1971)
- 3) I. Ohno, *J. Phys. Earth* **24**, 355 (1976)
- 4) 岡野和之, 那須弘之, 大田陸夫, 曾我直弘, 窯協3支部講演要旨集, 21頁 (1979)
- 5) S. Spinner, *J. Am. Ceram. Soc.* **39**, 113 (1956)
- 6) W. A. Zdaniewski, G. E. Rindone and D. E. Day, *J. Material Sci.* **14**, 763 (1979)

【会員の頁】

★第7回国際熱分析会議(7th ICTA)

前号でもお知らせしましたとおり, 7th ICTA が1982年8月22日~28日にカナダのOntarioで開催されます。参加希望者は1st Circularに同封された質問カードに記入の上, 1981年6月15日までに

Dr. D. W. Brazier
Dunlop Research Centre
Sheridan Park Research Community
Mississauga, Ontario, Canada
L5K 1Z8

に回答する必要があります。詳細と登録規程を掲載した2nd Circularはこの回答者にのみ, 1981年9月頃に送られる予定です。

なお, 発表は口頭およびポスターにより行なわれますが, 発表希望者は1ページのアブストラクトを9月1日までに下記宛お送り下さい。

Dr. P. K. Gallagher
Room 6D-311
Bell Laboratories
600 Mountain Avenue
Murray Hill, N.J. 07974
U.S.A.

1st Circular をご希望の方は学会事務局にお申し込み下さい。

★第2回ヨーロッパ熱分析シンポジウム(ESTA2)

本誌Vol.7, No.4(1980)で予告されたESTA2が1981年9月1日~4日, スコットランドのAberdeenで開催されます。2nd Circularには発表論文リストと登録用紙が同封されていますが, 参加登録期限は5月31日で, 送付先は下記のとおりです。

Dr. F. P. Glasser
Chairman of the Organising Committee ESTA 2
Department of Chemistry
University of Aberdeen
Meston Walk, Old Aberdeen, AB9 2UE
SCOTLAND

詳細は学会事務局にお問い合わせ下さい。

(以上 東工大 斎藤安俊)