

周期荷重を受ける応力発光体の発光特性に関する研究

Research on Luminescence Characterization of Mechanoluminescence Material subjected to Periodic Loading

精密工学専攻 17号 金谷洋輔
Yosuke Kanaya

1. 緒言

近年、応力センシングや応力分布の可視化などの実用化に向けた応力発光体の研究が盛んに行われている^{(1),(2)}。他の応用例としては、応力発光体を用いた印刷物の偽造防止技術⁽³⁾や、応力発光センサを用いた暗視野下でのコンクリート構造物等のひび割れ検出⁽⁴⁾等がある。これらは応力発光体が光による励起のみで繰り返し発光すること、粉末状で粒子ひとつひとつが発光するため様々な製品に応用できること、静荷重には反応せず応力が時間変化したときのみ発光すること、印加応力の増大とともに発光強度も増加すること等の特徴から様々な技術に応用されている。前述した特徴から、非接触での応力センサとしての適用の可能性が考えられて来ている。応力センサへの適用には、発光強度の自然減衰を考慮しなければならない。応力発光体は光で励起することにより、機械的外力を受けることによって光を放出する。しかし、応力発光体は光で励起した直後から発光強度が急激に減衰していく。また、応力発光体がどれほど励起されているのか判断する事が困難であり、励起条件により発光強度も異なる。この性質により、発光強度と印加応力の相関性を見出すことが困難となっている。

そこで本研究では、LED光源を用いて微弱光を当てながら、発光強度の減衰を防ぎつつ応力発光体が含まれた試験片の一軸引張試験を行う。正弦波・三角波状の周期荷重を加え、減衰を考慮しない状態で周期ごとに発光強度を平均することによって、発光強度と印加応力の関係性を明らかにしている。

2. 応力発光体とは

応力発光とは、引張りや曲げなどの機械的外力によって材料が発光する現象である。応力発光は破壊発光と変形発光に分けることができる。変形発光も塑性変形領域での発光と弾性変形領域での発光に分けることができる。破壊発光現象は多くの材料に観察されており、一般的に無機材質の約半分は破壊発光すると言われている⁽⁵⁾。代表例としては、地震の際に見られる発光現象があり、地震等によって岩石に巨大な力が加わり、破壊されるときに発光すると考えられている。破壊発光の特性と機構については、破壊メカニズムの解明や、摩擦分野、地震分野等において多くの研究が報告されている。一方、変形発光は破壊発光と比べて、材料が少なく、発光輝度が弱い。特に、エネルギー量が少ない弾性領域においては、これまでに可逆的に強く変形発光する材料が開発されてお

らず、応力測定の実用化への研究は行われていない。応力発光の応用を実用化させるためには、高輝度な応力発光体の開発が求められていた。

20世紀90年代後半から、徐らは応力発光体の応力センシング等への実用化を目的として、世界で初めて可逆的な弾性領域での応力発光機能を有する材料を開発した⁽⁶⁾。特にその中でも、発光中心としてユロピウムを添加した欠陥制御型アルミン酸ストロンチウム ($\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$ は 520nm 中心の緑色に発光) は応力センシングや、応力分布の可視化などに適用できる可能性を秘めている。人間の可視感度は 500~600nm の緑色発光が優れていることもあり、肉眼でも十分に確認することができ、最も高い発光輝度を示すことから本研究では $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$ を用いる。

3. 応力発光強度測定装置

Fig. 1 に作成した実験装置の概略図を示す。アクチュエータ (オリエンタルモーター, DRSM42RG-04B2AZMK) を用いて、引張試験を行うことができる。発光強度は光子カウンティングヘッド (浜松ホトニクス, H11890-210)、カウンティングユニット (浜松ホトニクス, C8855-01) を用いて光子数をカウントすることにより計測する。励起光源には、LED ライト (スパークファン エレクトロニクス) を用いて簡易暗箱 (サイエンテックス) 内全体に微弱光を灯しながら光子数を計測する。光子カウンティングヘッドには、試験片内の応力発光体からの光子数だけを計測するために、ファイバユニット (オムロン, E32-L25L 2M) を装着し、受光範囲を試験片付近に限定する。作成した試験片は一方をア

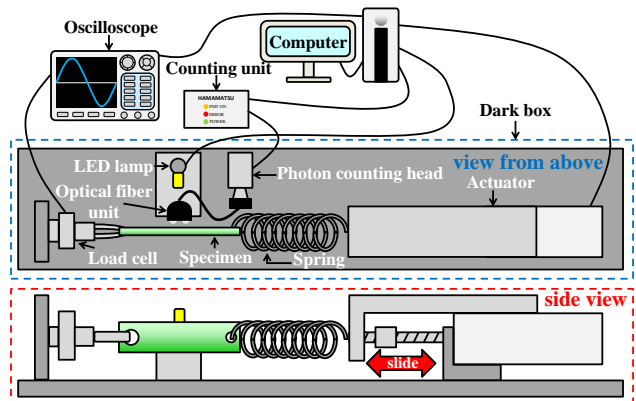


Fig. 1 Schematic diagram of the homemade setup

クチュエータとバネを介して繋げてあり、反対側にはロードセル（共和電業，LUR-A-200NSA1）を繋げてオシロスコープ（横河計測，DL850E）を用いて荷重を測定している．試験片，荷重負荷装置，受光素子はすべて簡易暗箱内に設置され，外部からコンピュータで制御され，自動に測定できるようになっている．本実験では，正弦波・三角波状の繰り返し荷重を加える．荷重変化はアクチュエータの移動量によって変化する．アクチュエータの変位の式を以下に示す．

$$\delta_{sine}(t) = \begin{cases} -\frac{1}{2}a\left(t - \frac{1}{4}T\right)^2 + a_0 & 0 \leq t < \frac{1}{2}T \\ \frac{1}{2}a\left(t - \frac{3}{4}T\right)^2 + a_1 & \frac{1}{2}T \leq t < T \end{cases} \quad (1)$$

$$\delta_{triangle}(t) = \begin{cases} bt + b_0 & 0 \leq t < \frac{1}{2}T \\ -bt + 2b_1 - b_0 & \frac{1}{2}T \leq t < T \end{cases} \quad (2)$$

ここで， δ は変位， t は時間， a は加速度， a_0 は変位の最大値， a_1 は変位の最小値， b は速度， b_0 は変位の最小値， b_1 は変位の最大値， T は周期である．正弦波状の荷重は二次関数での入力に疑似的に表している．Fig. 2 (a), (b) に測定された荷重の時間変化を示す．正弦波・三角波状となっている事が分かる．アクチュエータの移動量を変化させることにより，加えられる荷重の振幅を変化させることができ速度，加速度等を変えることにより，荷重の変動周期を変えることができる．

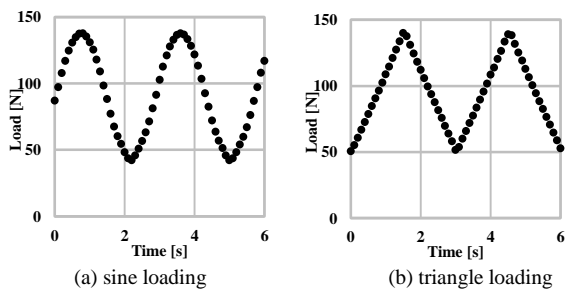


Fig. 2 Time dependence of the periodic loading
($a = 10.7$ [mm/s²], $a_0 = 2.5$ [mm], $a_1 = 8.5$ [mm], $T = 3$ [s])
($b = 4$ [mm/s], $b_0 = 2.5$ [mm], $b_1 = 8.5$ [mm], $T = 3$ [s])

4. 試験片の作成

粉末状の応力発光体（堺化学工業）をエポキシ樹脂，硬化剤（アイ・ティー・ダブリュー・インダストリー）に混ぜ合わせ，試験片を作成する．厚みは 1.5 mm とし，試験片の形状を Fig. 3 に示す．以下に，作成手順を示す．

- (1) エポキシ樹脂，硬化剤，応力発光体を 8:4:1 の重量比で混合する．
- (2) (1) で作成した混合物を真空脱泡装置（アズワン，MVD-300VMT）内に入れ，真空状態にしながらかき混ぜ機で 20 分間攪拌する．
- (3) 攪拌後シリコン製の型に混合物を流し込み，再度真空脱泡装置内で 20 分間真空状態にする．

- (4) 送風定温乾燥機（ヤマト科学，DKN601）にて，35 °C で 48 時間保持し固まらせる．
- (5) 3次元加工機（ローランド ディー.ジー.，MODELA PRO II MDX-540）を用いて試験片を切削加工により作成する．

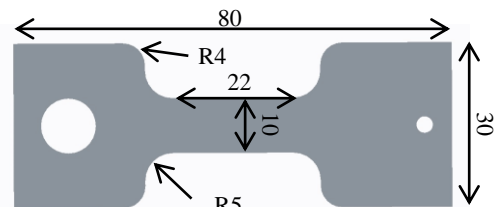


Fig. 3 Specimen configuration

5. 応力発光強度測定

5.1 紫外線による励起のみでの実験

応力発光体が荷重変動により発光するためには，予め光を照射しておく必要がある．照射光量や時間により，発光強度は変化する．

以下の手順で紫外線励起による発光強度の測定を行った．

- (1) 紫外線ライトを試験片から 15 cm 距離をとり，10 s 間励起する．
- (2) 発光強度が落ち着くまで 5 分間待機する．
- (3) 負荷装置を作動させ，試験片に正弦波状の周期荷重を加える．
- (4) フォトンカウンティングヘッドにより，100 ms 間隔で，光子数を計測する．

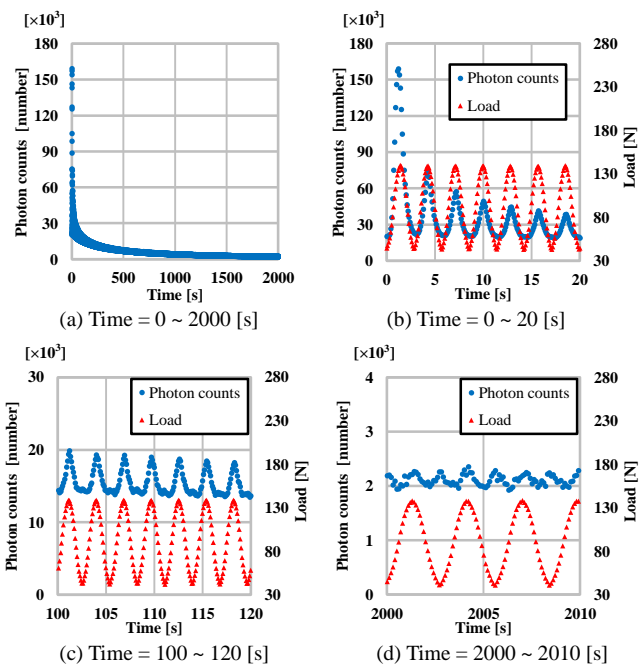


Fig. 4 Time dependence of the photon counts
($a = 10.7$ [mm/s²], $a_0 = 2.5$ [mm], $a_1 = 8.5$ [mm], $T = 3$ [s])

Fig. 4 に周期 3 s，変位 6 mm における光子数の時間変化を示す．Fig. 4 (a) より，励起した直後から発光強度が急激に減

衰しているのが分かる。Fig. 4 (b) より、荷重の変動により発光強度が変動することがわかる。また、荷重変動の繰り返し数にしたがい発光強度の振幅が減少していく。Fig. 4 (c) より、発光強度の振幅はほぼ一定であるが、発光強度の平均値が減少していくことが分かる。Fig. 4 (d) より、荷重変動の波の谷に対しても発光強度が増加していることが分かる。これは、除荷の際にも応力発光が起きているためと考えられる。Fig. 4 (d) より以前の時間でこの波が測定されなかったのは、燐光による発光強度に埋もれていたためと考えられる。この実験結果より、測定は暗箱内を LED 光源で点灯し続けることで、発光強度の減衰を防ぎながら計測していく。荷重パターンは正弦波状と三角波状の二種類の周期荷重で行う。

5.2 正弦波状の周期荷重での測定

以下の手順で暗箱内に設置した LED 光源を点灯した状態で、発光強度の測定を行った。

- (1) LED 光源を点灯させたまま負荷装置を作動させ、試験片に正弦波状の周期荷重を加える。
- (2) フォトンカウンティングヘッドにより、100 ms 間隔で、光子数を計測する。

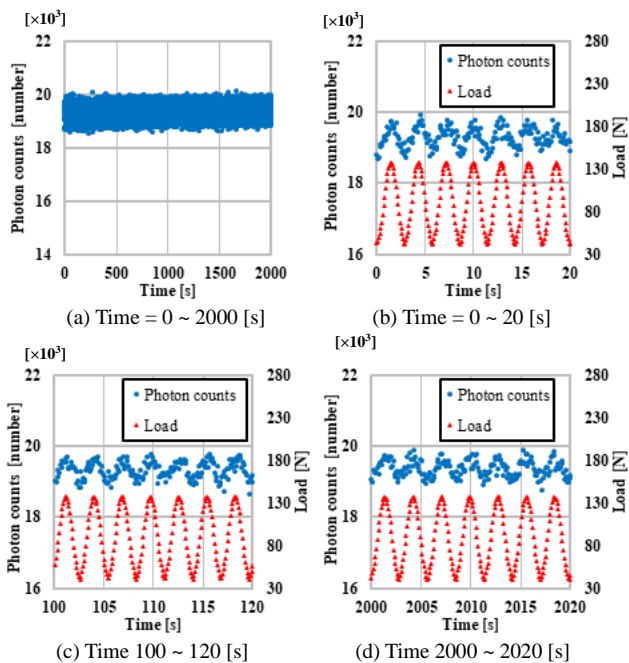


Fig. 5 Time dependence of the photon counts
($a = 10.7 \text{ [mm}^2\text{]}$, $a_0 = 2.5 \text{ [mm]}$, $a_1 = 8.5 \text{ [mm]}$, $T = 3 \text{ [s]}$)

Fig. 5 に周期 3 s、変位 6 mm における光子数の時間変化を示す。Fig. 5 (a) より、発光強度が減衰していないことが分かる。Fig. 4 (a) の結果とは異なり、発光強度の平均値は周期荷重の繰り返し数にしたがい減少していかない。Fig. 5 (b), (c) より、発光強度の振幅は減少していることが分かる。Fig. 5 (c), (d) より、発光強度の振幅がほぼ一定となっていることが分かる。これは LED 光源による励起が常に行われているため、応力発光体から放出される光と励起光からトラップした電子が釣り合っていると考えられる。よって、本実験では LED 光源で励起し続けることによ

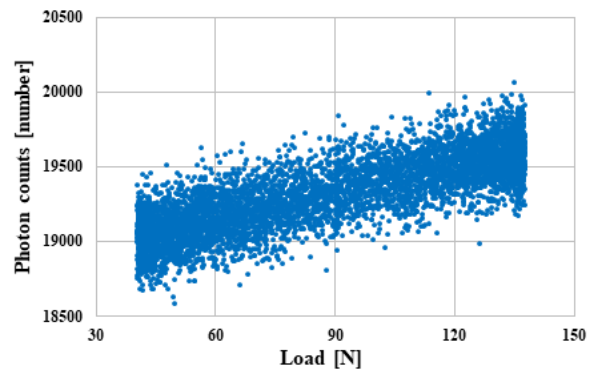


Fig. 6 Relationship between load and photon counts by 100 waves

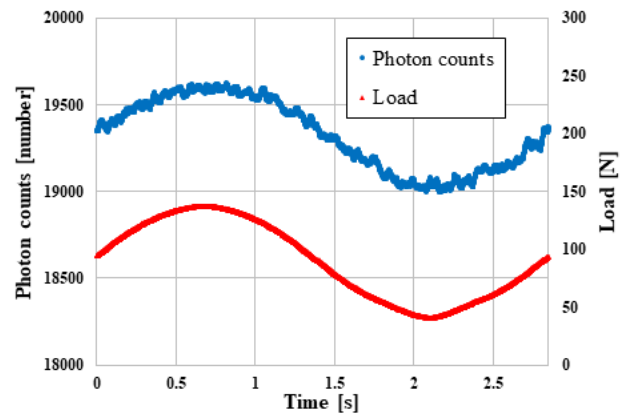


Fig. 7 Moving average of photon counts by 100 waves

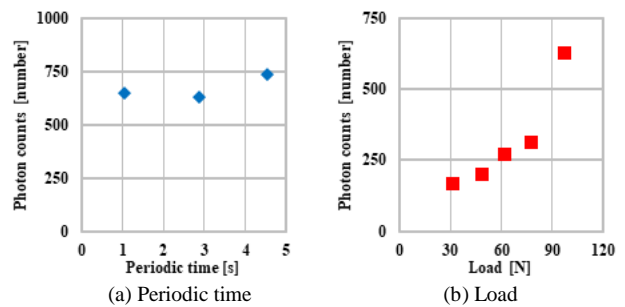


Fig. 8 The difference between maximum and minimum values of the photon counts

って、応力発光強度を安定した状態に保つことができていると考えられる。Fig. 6 に発光強度の変動が定常状態となっている箇所から、1 周期分の荷重の波 100 個の光子数と荷重の関係を示す。荷重の増大に伴い発光強度も増大していることが分かる。Fig. 7 に Fig. 6 と同箇所の波の移動平均を示す。移動平均の区間は 50 区間でとっている。計測結果の平均をとることによって、荷重変動に対する発光強度の変動の精度が向上している事が分かる。測定回数を増やすことで、より精度が向上すると考えられる。Fig. 8 (a) に周期ごと、Fig. 8 (b) に荷重ごとの移動平均の光子数の波の最大値と最小値の差の関係を示す。Fig. 8 (a) より、周期の違いによる発光強度の変動の影響は見られなかった。Fig. 8 (b) より、荷重変動の増大により発光強度の変動も増大している。

5.3 三角波状の周期荷重での測定

節 5.2 と同手順で、三角波状の荷重を加えて引張試験を行った。

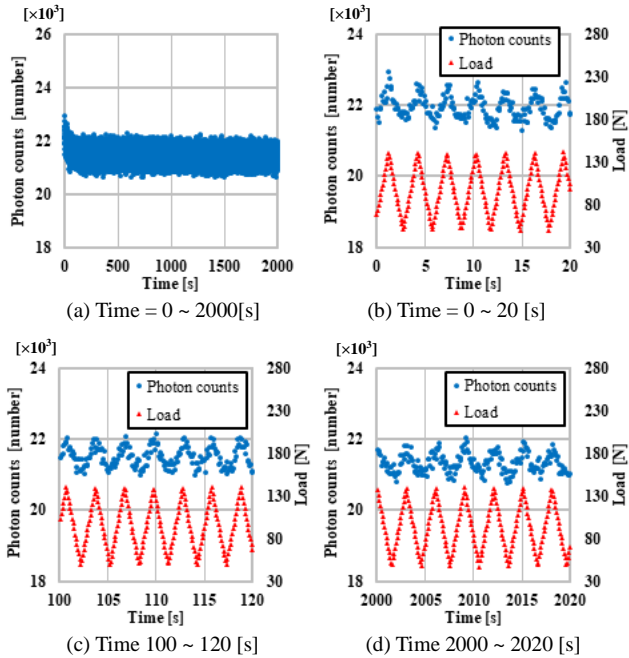


Fig. 9 Time dependence of the photon counts
($b = 4$ [mm/s], $b_0 = 2.5$ [mm], $b_1 = 8.5$ [mm], $T = 3$ [s])

Fig. 9 に周期 3 s、変位 6 mm における光子数の時間変化を示す。節 5.2 の実験と同様の結果となっている。Fig. 10 に発光強度の変動が定常状態となっている箇所から、1 周期分の荷重の波 100 個の光子数と荷重の関係を示す。正弦波状の荷重の結果とは異なり、荷重 60 N 付近まで上昇しない傾向が見られた。Fig. 11 に Fig. 10 と同箇所の波の移動平均を示す。移動平均の区間は 50 区間ととっている。変位最大では発光強度も同様に変化を示すが、変位最小ではゆるやかに変化している。Fig. 12 (a) に周期ごと、Fig. 12 (b) に荷重ごとの移動平均の光子数の波の最大値と最小値の差の関係を示す。Fig. 12 (a), (b) より、節 5.2 の実験と同様の結果となっている。

6. 結言

応力発光体に加えられた応力と発光強度の関係を明らかにするために、正弦波・三角波状の応力変動を加えられる負荷装置を作成し、暗箱内で応力発光強度の時間変化を計測した。また、測定データを周期荷重ごとに分けるため自作の測定プログラムを作成した。試験前の励起のみの実験では、周期荷重の繰り返し数にしたがい発光強度の振幅の最大値は減少していくが、暗箱内を微弱光で照らしながら計測することにより、発光強度の減衰を防ぎながら計測することが可能となる。発光強度の振幅は、応力の増大とともに増大することが分かった。今後、種々のパラメータと発光強度の関係を明らかにすることで、応力発光体を用いて応力値を発光強度より測定することが可能であると考えられる。

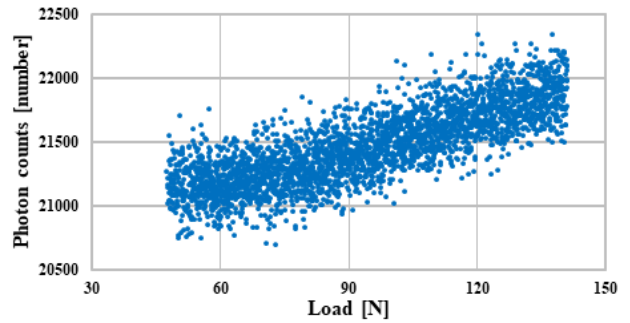


Fig. 10 Relationship between load and photon counts by 100 waves

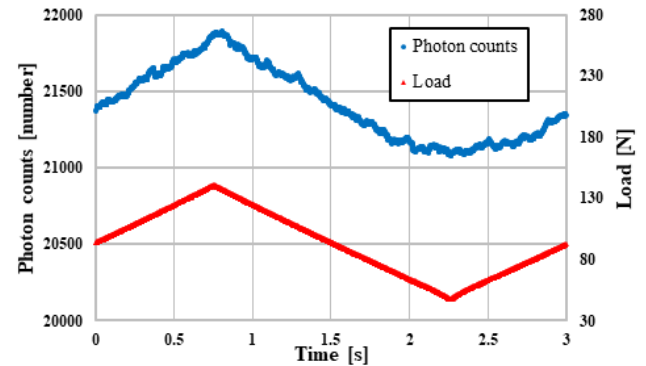


Fig. 11 Moving average of photon counts by 100 waves

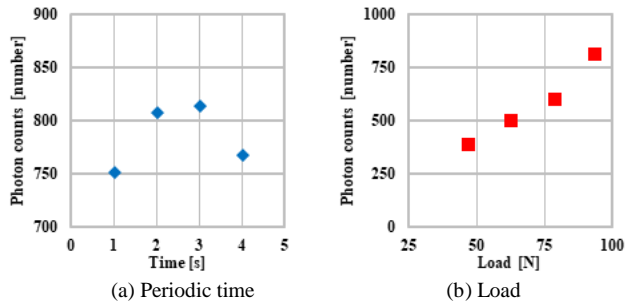


Fig. 12 The difference between maximum and minimum values of the photon counts

参考文献

- (1) Chao-Nan Xu, Sensing Technology with Elastico-Luminescence - Visualizing 'Invisible' Defects in Structures, J.Jpn. Soc. Powder Metallurgy, 56-10 (2009), pp.627-634
- (2) Ji Sik Kim, Yong-Nam Kwon, Namsoo Shin c, Kee-Sun Sohn, Visualization of fractures in alumina ceramics by mechanoluminescence, Acta Materialia 53 (2005), pp.4337-4343
- (3) 前川博一, 応力発光体の偽造防止技術への展開, 光技術コンタクト, 54-2(2016), pp.4-8
- (4) 川端 雄一郎, 小野大輔, 李シンシュ, 川崎悦子, 岩波光保, 加藤絵万, 上野直広, 徐超男, 応力発光センサによる暗視野下におけるコンクリートのひび割れ検出に関する基礎的検討, 土木学会論文集 E2, 67(2011), pp.430-435.
- (5) 徐超男, 新規な応力発光体の開発, 科学と工業, 77-4, (2003), pp.191-195
- (6) Chao-Nan Xu, Tadahiko Watanabe, Morito Akiyama, and Xu-Guang Zheng, Direct view of stress distribution in solid by mechanoluminescence, Appl. Phys. Lett., 74-14(1999),2414