

(様式第5号)

## 高靱性セラミックス材料における残留応力の 精密深さ分解測定

### High depth-resolution measurements of strain in high toughness ceramics

富安啓輔<sup>1)</sup>, 熊谷正夫<sup>2)</sup>, 西谷伴子<sup>2)</sup>, 斉藤邦夫<sup>2)</sup>, 関野晃一<sup>3)</sup>  
K. Tomiyasu<sup>1)</sup>, M. Kumagai<sup>2)</sup>, T. Nishitani<sup>2)</sup>, K. Saito<sup>2)</sup>, K. Sekino<sup>3)</sup>

株式会社日産アーク, 株式会社不二 WPC, 神奈川県立産業技術総合研究所  
Nissan ARC Ltd., Fuji WPC Ltd., KISTEC

#### 1. 概要

「微粒子投射処理によるセラミックス材料の高靱化」という有望な産業用表質加工のメカニズムを解明するため、アルミナ材の残留応力を、試料表層 2  $\mu\text{m}$  以下の高い深さ分解能で測定することを試みた。軽元素材且つ粗大粒子の影響が大きいアルミナ材において、本目的を達成することは困難であるが、テンドーX線（軟X線）放射光を用いた侵入深さ一定法を計画・実施することにより、十分な深さ分解と  $\sin^2\phi$  依存性を与える実験データを得ることに成功した。

To clarify a mechanism of promising industrial processing, “attachment of high toughness to ceramics by fast particle bombardment”, we tried to measure the residual surface strain in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with high depth resolution. Although this is challenging because of the effects of light elements (high penetration of X-ray) and coarse particles, we planned to perform the X-ray diffraction at constant penetration depth with *tender X-ray*. As the result, we successfully obtained the experimental data with high enough depth resolution and significant  $\sin^2\phi$  dependence.

#### 2. 背景と目的

株式会社不二 WPC と神奈川県立産業技術総合研究所 (KISTEC) は、各種材料への微粒子投射処理 (FPB 処理) の適応性について、共同研究を実施してきている。FPB 処理とは、数十  $\mu\text{m}$  の微粒子を各種材料に投射することにより基材表面に残留応力を付与する、主として疲労強度の向上を目的とした材料表質加工の手法である。また、FPB 処理は、鉄鋼材料や自動車部品等にも幅広く用いられている (例えば、論文リスト 1, 2, 3)。

現在、精密金型や電池用金属薄膜の高精度刃物の需要等から、超硬合金やセラミックス材料の高靱化（壊れにくくすること）の必要性が生じている。そこで、同材料への FPB 処理の適応性を検討した結果、超硬合金材料の高靱化に有用な知見を得た (例えば、論文リスト 4)。また、同知見に基づき、セラミックス材料でも FPB 処理による靱性向上の知見を得た。セラミックス材料の低靱性は、一般に、産業利用上の大きな障害となるため、この成果は汎用性の観点からも重要である。しかしながら、残留応力の付与層が非常に浅い表面層に限定されているためと考えられるが、通常の実験室 X 線による残留応力評価では、有用な知見を得ることが困難であった。

そこで、本実験課題では、放射光測定に関する知見と経験を有する株式会社日産アークと連携し、高靱性セラミックス材料の表層における残留応力の解明を念頭に、放射光による高い深さ分解能応力測定を実施し、材料の表層に潜む高靱化メカニズム解明について検討を進めた。具体的には、アルミナを選定し、試料の表層数  $\mu\text{m}$  以下の残留応力を測定することを目的とした。

#### 3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

##### A. 特色

この測定は、以下の理由で通常の  $\sin^2\phi$  法では難しい。

(a)  $\sin^2\phi$  ごとに X 線の侵入深さが変化し、残留応力も変化してしまう。

- (b) 軽元素で構成されるアルミナ ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) に X 線は深く侵入してしまう。[(a)(b) 2つの理由で、実験室 X 線の測定では、表層数  $\mu\text{m}$  以下の浅い領域の応力情報を抽出することが困難となる。]
- (c) マイクロビーム放射光を用いるにも、本材料は粗大粒子が多く、 $\sin^2\psi$  法と両立する幾何学的配置が困難 (少なくとも、整備された産業利用ビームラインはない)。

そこで、本実験課題では、「テンダーX線 (軟X線) 放射光」を用いた侵入深さ一定 $\sin^2\psi$ 法により、これらの問題群の解決を試みた。侵入深さ一定  $\sin^2\psi$  法はすでに確立しているが、我々の知る限り、テンダーX線 (軟X線) 放射光を用いた事例はなく、実施できるビームラインも国内に少ない。

## B. 実験条件

- 市販の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 板を用い、未処理、処理W40-02、処理FHSの3種類の試料を準備
- 入射エネルギー：5.49 keV (将来、より低いエネルギーを利用するための第一段階)
- 試料揺動：カイ角とファイ角について実施
- 使用反射：2-16

## 4. 実験結果と考察

図1は、測定した回折線から得られた (a) 中心角度の  $\sin^2\psi$  依存性と (b) 半値全幅 FWHM の侵入深さ依存性を示す。両依存性ともに明確な変化を検出することに成功している。また、軽元素の  $\text{Al}_2\text{O}_3$  について  $2\mu\text{m}$  の深さ分解を実現している (角度的にも十分な余裕があることを付記する)。

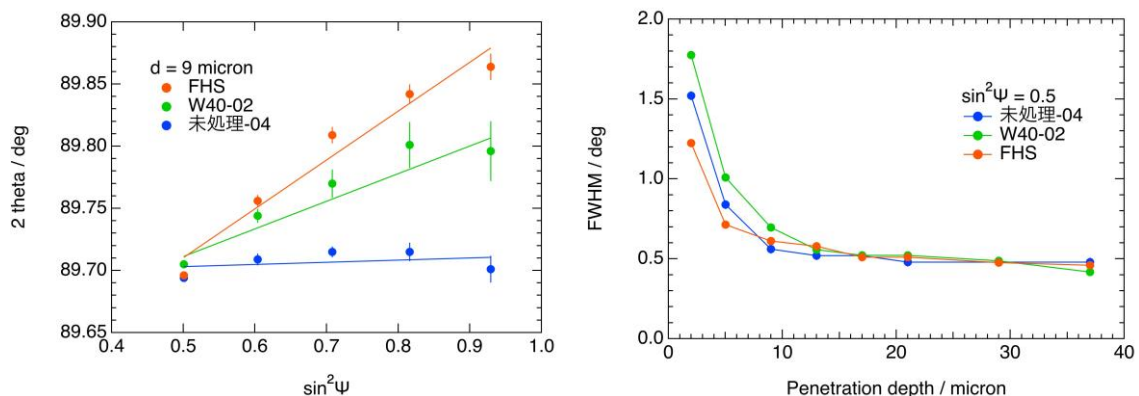


図1. 測定回折線から得られた散乱角の中心位置と半値全幅 FWHM のプロット

## 5. 今後の課題

機械材料ながら最表層ミクロン以下の領域に大きな変化があることを強く示唆する結果となった。今後、試料と手法を最適化し、材料表層に潜む高硬化メカニズム解明と高付加価値制御に向け、検討を進める。

## 6. 参考文献

- 高木・熊谷・伊藤・小沼・下平：“微粒子ピーニングによる SCr420 浸炭焼入れ鋼表面のナノ結晶化”，鉄と鋼，92，5(2006)318.
- 高木・熊谷：“FPB 処理による表面ナノ結晶化”，精密工学会誌 72，9(2006)1079.
- 熊谷：“DLC などの硬質薄膜形成に対する WPC 処理の効果”，表面技術，67，1(2016)12.
- 熊谷・山下・横内：“微粒子投射処理による超硬合金金型の長寿命化”メカニカル・サーフェステック 2019年6月号.

## 7. 論文発表・特許

上記6に記載

## 8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3)

応力測定、軟 X 線 (テンダー X 線)、侵入深さ一定法

## 9. 研究成果公開について

トライアルユースのため、該当なし