

(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 高分解能深さ依存性測定－2

High depth-resolution measurements of residual stress in high toughness ceramics -2

稲葉雅之, 熊谷正夫, 斉藤邦夫, 梶浦嘉夫  
M. Inaba<sup>1)</sup>, M. Kumagai<sup>2)</sup>, K. Saito<sup>2)</sup>, Y. Kaziura<sup>1)</sup>

株式会社日産アーク, 株式会社不二 WPC  
Nissan ARC Ltd., Fuji WPC Ltd.

### 1. 概要 (注: 結論を含めて下さい)

微粒子投射処理によるセラミックス材料の高靱化効果を検証するため、特にアルミナ表面近傍に着目した X 線残留応力測定を行った。先行実施したトライアルユース (201118T) の結果を踏まえ、テンダーX線入射による侵入深さ一定法を用いて投射粒子の異なる試料の測定を行った。その結果、投射粒子によって表面近傍 (10 $\mu$ m 以下) に付与される残留応力の大きさと深さ分布に明確な差異を生じていることが明らかになった。

To verify effects to obtain toughness in ceramic materials by fine particle bombarding, we performed X-ray residual stress measurement focusing on the surface of alumina. Based on the preceding results of trial-use-experiment (201118T), we achieved measurements of each samples bombarded different particles by constant penetration depth method with tender X-ray incident beam. As the result, we confirmed the difference in value and depth profile of residual stress near surface region depending on bombarded particle.

### 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 (FPB: Fine Particle Bombarding) 処理の適応性について、共同研究を実施している。FPB処理とは、数十 $\mu$ mの微粒子を投射することで材料表面に残留応力を付与する表質加工の方法である。主として疲労強度の向上を目的としており、鉄鋼材料や自動車部品等で幅広く用いられている (例えば論文リスト1, 2, 3)。

近年、精密金型や電池用金属薄膜で用いる高精度刃物での利用において、超硬合金やセラミックス材料においても高靱化 (壊れにくくすること) のニーズが高まっている。そこで超硬合金においてFPB処理の適応性を検討した結果、高靱化についての有用な知見を得た (例えば、論文リスト4)。次にセラミックス材料においても検討を行い、同じくFPB処理による靱性向上の知見を得た。一般にセラミックス材料の低靱性は産業利用上大きな障害となっているため、この成果は用途拡大の観点において重要な意味を持つ。高靱化の要因として残留応力の付与層が表面近傍に限定されていることを推定しているが、実験室型X線回折装置を用いた残留応力評価では情報深さが大きいいため、実測データによる裏付けを得ることは困難であった。

上記を勘案し、放射光を利用した高い深さ分解能を有する残留応力測定に取り組むこととなった。入射X線エネルギーが調整可能である放射光と多軸回折計を組み合わせ、テンダーX線入射による侵入深さ一定法を用いることで、セラミックス材の表面近傍に着目したX線残留応力測定を行い、FPB処理によるセラミックス材の高靱性発現メカニズム解明に繋がるデータ取得を目指す。

すでにトライアルユース (201118T) を利用した予備測定を行い、アルミナにおいて表面近傍の残留応力分布を評価できる見通しを得ているため、今回の測定では投射材を変えた場合の残留応力における差異を明確に捉えることを目標とした。

### 3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

試料として、市販のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>板の未処理品（表面研磨済み）および異なる投射材でFPB処理を行ったもの（投射材としてタングステンないしは高速度鋼、投射時間10秒、エア圧0.3 MPa）を用いた。試料は短冊形状に切断し、表面研磨を行ったうえでFPB処理を行った。

測定はBL15のX線回折装置で行った。入射エネルギーは5.49 keVとし、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>[2-16] (d=1.602) の回折ピークを計測した。X線侵入深さが6点（1 μm、3 μm、5 μm、9 μm、20 μm、30 μm）、sin<sup>2</sup>φが5点（0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9）となるようχとωの組み合わせを設定した。スリットサイズはχ変化時の影響を鑑み、入射側を3 mm角、受光側を2 mm角とした。なお調整測定において、入射方向による異方性（アモルファスピークの有無）が認められたことから、今回は短軸方向の測定とし、試料揺動は行わなかった。

解析は以下の手順で行った。①回折ピークの半価幅中点より2θ位置を算出、②2θ位置とsin<sup>2</sup>φをプロットし最小二乗法近似により得た直線の傾きMを導出、③傾きMとアルミナの応力定数Kから残留応力σ=-KMを算出。なおアルミナの応力定数Kは文献5)を参考にした。

### 4. 実験結果と考察

図1に、X線侵入深さ3 μmにおいて異なるsin<sup>2</sup>φで測定した未処理品の回折パターンを示す。

各測定における回折ピーク位置2θをsin<sup>2</sup>φに対してプロットした結果を図2に示す。図2には、同じくX線侵入深さ3 μmにおけるタングステン粒子を投射した試料（W-L処理）、ハイス鋼粒子を投射した試料（HSS処理）の結果も併せて示した。回折ピーク形状およびsin<sup>2</sup>φプロットの直線性から、今回の測定において残留応力評価が可能なデータ取得ができているものと考えている。また未処理、W-L処理、HSS処理におけるプロットの傾きはそれぞれ異なっており、深さ3 μmまでの残留応力σに差異を生じていることが示された。

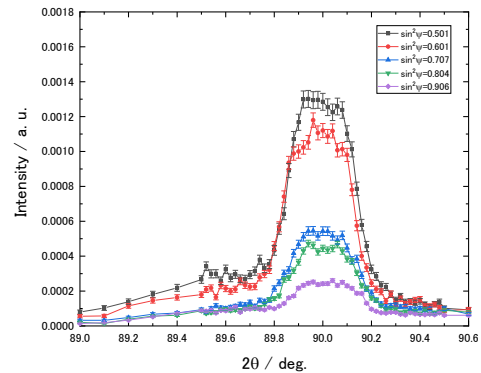


図1 未処理の試料の回折パターン

2θ - sin<sup>2</sup>φプロットより求めた残留応力σのX線侵入深さ依存性を図3に示す。未処理、W-L処理、HSS処理の深さ依存性は深さ9 μm以下の領域で明確に異なっており、異なる投射材を用いたFPB処理により材料表層の残留応力（特に深さ方向分布）で差異を生じていることが示された。

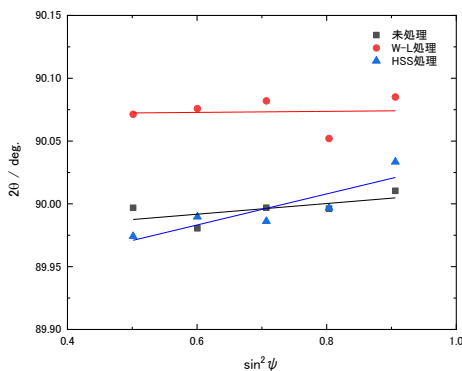


図2 2θ - sin<sup>2</sup>φプロット  
(深さ3 μm)

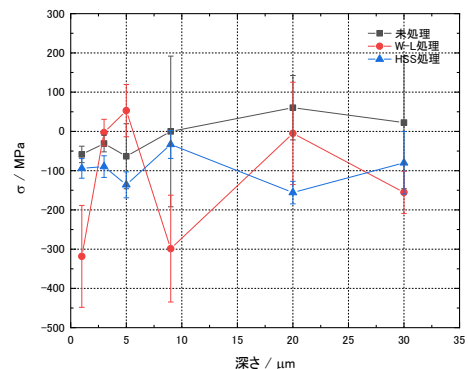


図3 σのX線侵入深さ依存性

### 5. 今後の課題

今回の取り組みを通じて、FPB処理による残留応力σのX線侵入深さ依存性における差異を明確に捉えられたと考えている。一方で残留応力σと深さ方向分布の精度については、今後さらなる検証が必要である。また異方性についても検討が必要と考える。従来法による計測データ（硬さ試験、バルク残留応力測定、表面形状/組織観察）を考慮して、FPB処理による応力付与メカニズムについて考察を深めたい（必要に応じて追加測定を検討する）

## 6. 参考文献

- 1) 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.
- 2) 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.
- 3) 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.
- 4) 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.
- 5) 鈴木・日下：“X 線応力測定法の基礎と最近の発展 5. 新素材への適用”，材料，48，3(1999)308

## 7. 論文発表・特許

上記 6 に記載

## 8. キーワード

残留応力測定、テングダーX 線、侵入深さ一定法、セラミックス

**9. 研究成果公開について**（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください（2018 年度実施課題は 2020 年度末が期限となります）。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文（査読付）発表の報告

（報告時期： 2024 年 3 月）

② 研究成果公報の原稿提出

（提出時期： 年 月）