

# セラミックスと金属との複合材料の評価技術に関する研究

日原 政彦・斉藤 修

## Evaluations of Residual Stress for the Compositied Material of the Ceramics and Metals

Masahiko HIHARA and Osamu SAITO

### 要 約

窒化珪素セラミックスとステンレスとの複合化材料は高機能材料としてタービンシャフト等に使用されている。しかし、接合過程でのセラミックスは熱応力により接合部境界でクラックが発生し、複合材料の品質を低下させる。

本研究は複合材料接合部の応力発生挙動をX線応力測定法により検討した。表面の残留応力は窒化珪素境界に引張応力が存在し、ステンレス境界は圧縮応力となる分布形態を取る。また、断面領域の応力は中心部と表面部で異なる応力分布形態を示した。得られた結果から、X線応力測定法を用いた複合材料接合部の評価が可能となった。

### 1. 緒 言

セラミックスと金属との複合材料は機械構造部品及び電子機器部品等の耐熱性、耐食性及び電気絶縁性等の機能性向上を目的として広い分野で使用されている。しかし、これら複合材料に用いるセラミックスは硬脆材料で、加工が非常に難しい欠点がある。また、機械的、熱的応力に対する割れ感受性が高いことから、機能部品として使用する場合、クラックの発生等による品質低下や歩留り低下が著しく、製造過程で大きな技術的問題点となっている。

一般にセラミックスと金属との複合材料製造には接合時に発生する熱応力を緩和し、セラミックス素材の割れ発生を防止する目的で、接合部材間にインサート材を挿入している。しかし、各種の接合材とインサート材との組合せにより、複合材料の接合特性や信頼性等が著しく異なることが知られている。これらの複合材料の品質低下原因は製造時、各素材の熱膨脹率及び弾性率の違いに起因して発生する引張残留応力の存在が原因となる

ることが多く、製品品質の安定化にとってはこの応力を如何に緩和させ、健全な接合部を得るかが製造上最も重要な課題となる。

これらの背景から、セラミックスと金属との複合材料における製造過程で接合部近傍に発生した残留応力の測定は製品の品質安定化（不良率や歩留り低下）を図るうえで有効な評価方法と考えられる。複合材料における評価技術の多くは曲げ試験及び疲労試験等、機械的特性に基づいた報告が多く、非破壊的な測定手法を用いて検討した報告は少ないために不明な点が多い<sup>1)</sup>。そこで、本研究はセラミックスと金属との接合部近傍に発生する残留応力をX線応力測定法により非破壊的に評価する手法を確立し、複合材料の品質向上に寄与することを目的として実施したので、得られた結果について以下に報告する。

### 2. 実験方法

#### 2-1 実験装置

本研究はX線回折法を用いて複合材料の接合部近傍の残留応力を非破壊的に測定する方法を確立する目的で行った。実験に用いた「高エネルギー応力回折装置、RAD-ⅢC、(株)リガク社製」の

本研究は平成元年度中小企業庁、技術開発費補助事業「融合化研究」により行った報告である。



写真1 高エネルギー応力解析装置の外観

外観を写真1に示す。本装置の構成はX線発生部、ゴニオメタ部及びデータ解析部からなり、得られた回折線の解析はコンピュータ処理され、解析結果はプリンタ及びプロッタに出力される形式となっている。なお、複合材料の接合部近傍の応力測定位置はX-Y方向に微小移動可能なアタッチメントをゴニオメタに装着して行い、試料アタッチメントの移動精度はX方向1/100mm及びY方向1/20mmであった。

### 2-2 供試材料

残留応力測定に用いた複合化素材は直径20mmの窒化珪素、ステンレス (SUS304) 及びタングステンの各丸棒であり、所定の寸法に各素材を切断後、窒化珪素-タングステン-ステンレスの順に積層し、各素材間に銀ろう及び銅箔 (0.5mm) を挿入して、ホットプレス装置により複合化試料を作製した。

図1 a、b、c及びdに試料形状及び残留応力測定位置を各々示す。なお、タングステンはセラミックと金属との接合時の応力緩和材料として用いた。測定用試料はタングステン厚さを5.4、5.0及び3.0mmと変化させた場合と銅箔 (0.5mm) を使用したものを各々作製した。各試料の接合素材の組合せを表1に示す。各接合素材境界にはAg-Cu-Ti系銀ろうを介して接合を行い、4種類の試料を準備した。なお、各試料は宮城県工業技術センターにおいて作製された複合材料であり、それらの試料を用いて、X線残留応力測定を接合部近傍の表面及び切断面の中心部 (10mm及び端面から3mmの位置) の各々について行い、各試料の残留応力発生状態を検討した。

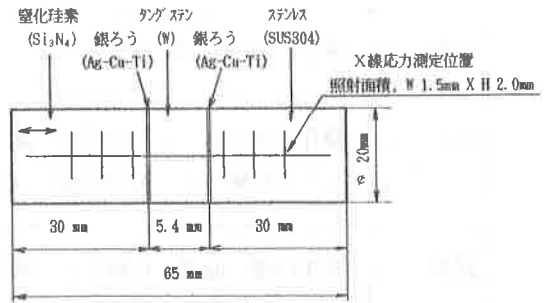


図1 a 接合材試料寸法およびX線応力測定位置

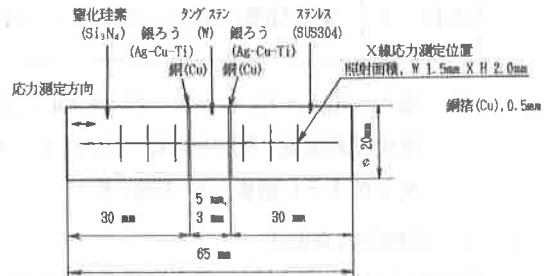


図1 b 接合材試料寸法およびX線応力測定位置

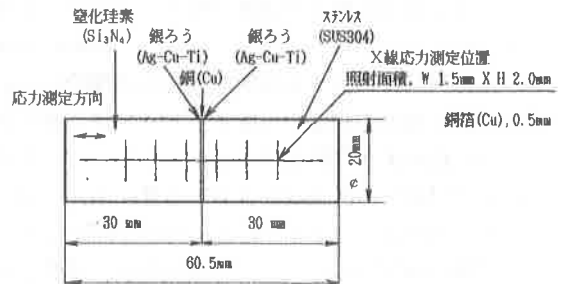


図1 c 接合材試料寸法およびX線応力測定位置

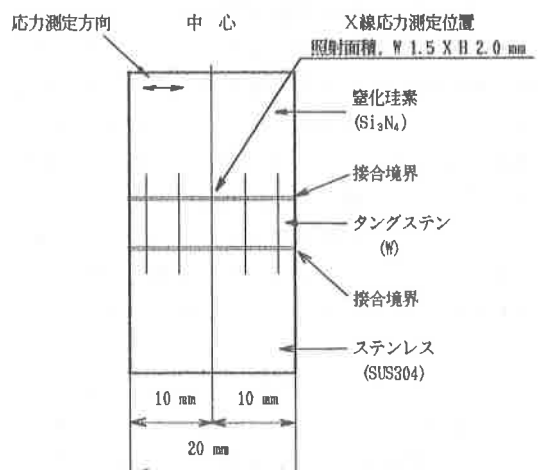


図1 d 接合材試料断面の応力測定位置

表1 実験試料の接合材とインサート材の種類

試料 1	窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-タングステン(5.4mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレス
試料 2	窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-タングステン(5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレス
試料 3	窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-タングステン(3mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレス
試料 4	窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレス

\* 銀ろう組成: 70.5% Ag - 27.5% Cu - 2% Ti

窒化珪素組成: 90% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> - 5.0% Y - 5.0% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

タングステン組成: 99.989% W

### 2-3 X線応力測定法

X線回折法は結晶性材料の微視的構造が観察できる有効な手段であり、近年、各種の構造材料および電子部品材料等の評価試験方法として広く利用されるようになってきた<sup>2)</sup>。特に、X線応力測定法は材料に存在する残留応力を非破壊的に、しかも微小領域の測定が可能であることが、他の測定法に比べ大きな特長である。しかし、特性X線による材料への侵入深さは測定条件によって異なるが、数十μmと小さいため材料の表面層における情報しか得られないことや、表面性状(研磨、酸化物、加工等)に影響されやすい欠点を持っている。

近年、X線応力測定法は耐熱・耐食性を要求される電子部品や機械構造部品のセラミックス材料および表面処理材(PVD、CVDおよびプラズマ溶射材料等)における表面改質層の残留応力測定や解析等に有用性が認められ、広い領域で使用され始めてきている<sup>3)4)</sup>。しかし、これら新素材におけるX線応力測定法の評価技術を確立するには多くのデータを蓄積して信頼性を向上させる必要があるが、今後、測定方法や測定機器の精度向上等技術的な進歩に伴い、大きな期待がもてる技術分野であると言える。

これらのことから、X線応力測定法を用いた、複合材料の接合部近傍の評価方法は今後、多くの領域で研究が行われ、工業材料の評価技術として確立されるものと考えられる。

#### 2-3-1 測定原理

一般の工業材料は方位の異なる結晶粒の集合した多結晶体であり、各結晶粒は原子が規則性を持って配列している。これらの結晶体に波長λの特性X線を入射すると、図2に示すとおり、その素材特有の回折線が認められ、この回折線はBraggの条件(1式)を満たすことによって現れる。

$$n\lambda = 2d\sin\theta \text{-----(1)}$$

ここで、d; 回折面間隔(Å)

θ; 回折角(deg)

n; 回折次数(定数)

λ; 特性X線の波長(Å)

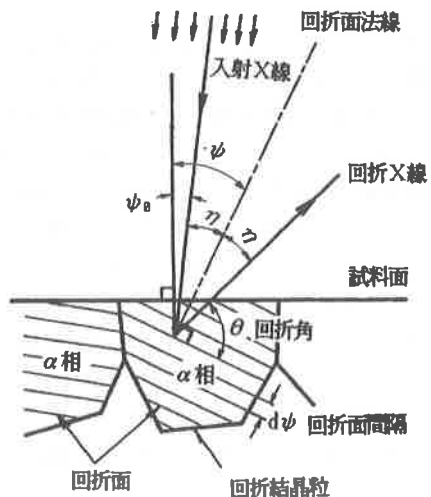


図2 X線回折条件

図2は1個の結晶粒が Bragg の条件式を満たす場合を示しており、結晶粒が小さく、照射面積内に十分な数の結晶粒が存在すると、入射X線からの回折が起こる。ある結晶粒からの回折強度分布曲線は一般にガウシアン分布をとり、この分布をゴニオメータの走査に従い計数管で漸次回折強度を測定して得られる回折面の強度分布曲線からピーク角度 ( $2\theta$ ) を求めることができる。この回折角 ( $2\theta$ ) から1式により、その素材に特有な面間隔 ( $d$ ) を知ることができ、この  $d$  値から素材の性状及び組成等の解析が可能となる。また、1式対数のとり、 $d$  で微分した後、整理すると2式が得られる。

$$\Delta\theta \tan \theta = \Delta\lambda / \lambda - \Delta d / d \dots\dots(2)$$

ここで、 $\lambda$  は一定であるので、 $\lambda = 0$  とおき、移行して整理すると3式となる。

$$\Delta d / d = -\cot \theta \cdot \Delta\theta \dots\dots(3)$$

すなわち、面間隔  $d$  の変化  $\Delta d$  は回折角  $\theta$  の変化  $\Delta\theta$  から求めることができる。

面間隔  $d$  の変化  $\Delta d$  は素材に存在する「ひずみ」に対応し、無応力状態及び無ひずみ状態の場合は  $\Delta d = 0$  となる。X線回折法による残留応力はこのひずみ量の変化、すなわち  $d$  の変化を測定して、応力値に換算することで求められる。

例えば、無負荷状態の回折面間隔  $d_0$ 、回折角を  $\theta_0$  とすると、回折面法線に対して試料面法線が  $\phi$  だけ傾いているときの回折面法線方向のひずみ ( $\epsilon\phi\phi$ ) は近似的に4式で求めることができる。

$$\begin{aligned} \epsilon\phi\phi &= \Delta d / d_0 \cdot \phi\phi \\ &= -\cot \theta_0 \cdot (\theta\phi\phi - \theta_0) \dots\dots(4) \end{aligned}$$

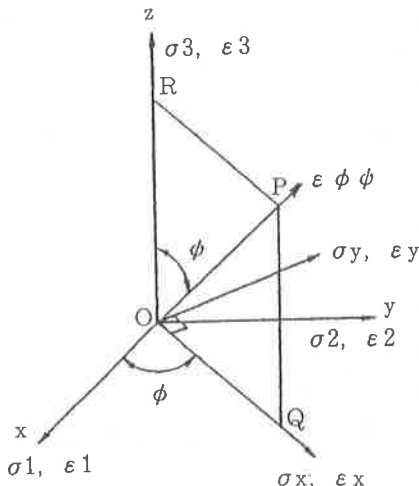


図3 応力測定原理

4式から明らかのように、X線による応力測定原理は入射度  $\phi$  に対する回折面間隔 ( $d$ ) の変化、すなわち、回折角 ( $2\theta$ ) の変化としてとらえることが可能となる。(図3参照)

これらから得られた値を応力値に変換して、素材の応力とする方法がX線による残留応力測定法である。

なお、X線応力測定法のひずみ量から、応力を求める方法は5式で一般に示される。

$$\begin{aligned} \sigma_x &= (-E \cot \theta_0 \cdot 2(1+\nu)) \cdot \\ &(\delta 2\theta / \delta \sin^2 \phi) = -K \cdot M \dots\dots\dots(5) \end{aligned}$$

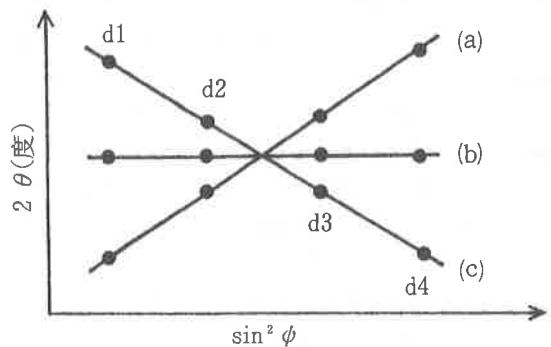
また、 $K$  と  $M$  は以下に示すことができる。

$$K = (-E/2(1+\nu)) \cdot (\cot \theta_0 \cdot \pi/180) \text{ (MPa/deg 又は kg/mm}^2\text{/deg)} \dots\dots\dots(6)$$

$$M = \delta 2\theta / \delta \sin^2 \phi \text{ (deg)} \dots\dots\dots(7)$$

ここで、 $E$  : 縦弾性係数 ( $\text{kg/mm}^2$ )、 $\nu$  : ポアソン比、 $\cot \theta_0$  : 素材の無ひずみ状態の回折角

なお、6式の  $K$  は応力定数を示し、素材の各定数 ( $E$ 、 $\nu$ 、 $\cot \theta_0$ ) を使用して求めることができる。7式の  $M$  は図4に示した  $2\theta - \sin^2 \phi$  線図から求めた直線の傾きである。この図から素材に引張応力が存在すると直線の傾きは負となり、圧縮応力では正の傾きを表す。そこで、5式に負の記号をつけ、正の場合引張応力、負の場合圧縮応力としている。実際の応力測定にあたっては試料面法線との傾き ( $\phi$  角) を一般には 0、15、30、45度と変化させたときの  $\phi$  角に対する  $2\theta$  を測定し、 $2\theta - \sin^2 \phi$  線図の傾き ( $M$ ) に  $-K$  を乗じて素材の応力とする手法がとられている<sup>5)</sup>。



- (a) 圧縮応力 ( $d1 > d2 > d3 > d4$ )
- (b) 無応力 ( $d1 = d2 = d3 = d4$ )
- (c) 引張応力 ( $d1 < d2 < d3 < d4$ )

図4  $2\theta\phi\phi - \sin^2\phi$  線図

表2 X線残留応力測定条件

項目	条件	項目	条件
対陰極	Cr, Cu	走差速度	2° / min
フィルター	V, Ni	照射面積	1.5 x 2.0 mm
管電圧	40 kV	ψ 角	0, 5, 10, 15, 20, 25, 30 35, 40, 45°
フィラメント電流	30 mA		
フルスケール	2000, 5000 cps	サンプリング時間	0.2 秒
応力定数; SUS304 (400) = -86.26 Kg/mm <sup>2</sup> /deg (CrKβ, CuKβ) Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (323) = -122.35 Kg/mm <sup>2</sup> /deg (CrKα, CuKα) W (321) = -155.22 Kg/mm <sup>2</sup> /deg (CrKα, CuKα)			

2-3-2 X線残留応力測定条件

X線残留応力測定においては管球及び測定回折線を選択しなければ精度の良い測定が難しくなる。そこで、本実験においては、各接合素材に存在する回折線を解析し、高角度に認められ、なおかつ、他の回折線の影響を受けない回折線を選択し、表2に示す条件によって応力の測定を行った。なお、特性X線および回折面の違いによる応力値への影響については予備試験から各々検討を行い、各φ角での誤差が少ない回折面を選択した。

また、本応力解析装置は測定した回折線からの情報に基づき、応力解析用データに変換することが可能である。よって、各素材から得られた生の測定データを吸収補正、バックグラウンド補正及びKα1、Kα2分離等各種の補正を行い、応力値を求めた。なお、各試料の一部について、2θ-sin<sup>2</sup>φ線図の傾きを解析すると、低φ角領域に変曲点の存在することが予備試験から確認された。この現象は複合試料接合部近傍のX線浸透深さ方向(Z方向)に応力勾配が存在することを示唆していることから、測定精度を向上させるために、試料への入射φ角を増加させて測定を行った。応力値を求めるための2θ-sin<sup>2</sup>φ線図の傾きは最小自乗法によって求め、直線の信頼限界等の計算は解析装置により行った。

3. 実験結果

3-1 供試材料のX線回折図形

複合材の作製に用いた窒化珪素、タングステンおよびステンレスの各素材表面について、CuKα特性X線を用いて測定した回折図形を図5、6及び7に各々示す。なお、各回折角は用いた特性X線により異なり、Cr管球の波長はCuのそれに比較して1.48倍長く、同一試料の回折面を測定しても、高角度(2θ→大)側に現れることになる。よって、応力測定の場合、極力高角度領域に認められる回折面を選択しなければ、試料へのφ角範囲が限定され、精度の良い測定が難しくなるために、事前に回折線を測定し、応力測定のための回折面を選択する必要がある。

図5は窒化珪素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)セラミックス素材の回折図形を示す。窒化珪素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)の結晶構造は六方晶(Hexagonal structure)であり、多くの回折線が存在する。これらの回折線の中で残留

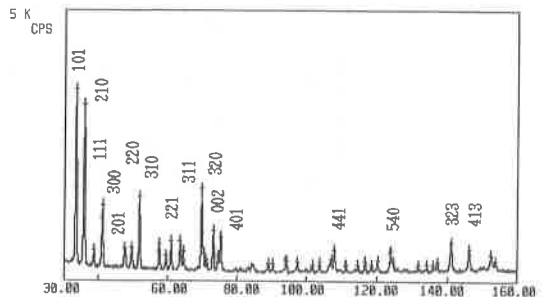


図5 X線回折図形(窒化珪素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) CuKα)

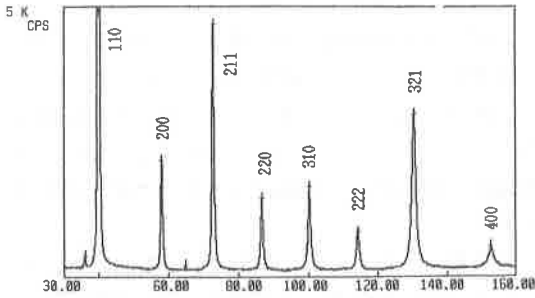


図6 X線回折図形 (タングステン (W) CuK $\alpha$ )

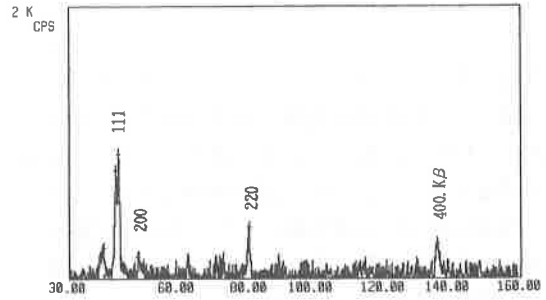


図7 X線回折図形 (ステンレス (SUS304) CuK $\beta$ )

応力測定に用いた回折面は比較的強度の高い(411)面と(323)面について $\phi$ 角を各々変化させたときの $2\theta$ との関係から、各回折面の測定値を検討した結果、(323)面は高角度領域に存在し、なおかつ、測定回折線近傍の他の回折線の影響が少なく、各 $\phi$ 角の測定誤差が(411)面に比べ小さいことが認められた。よって応力測定にはこの回折面を選択した。

図6はタングステン素材の結果を示す。タングステンは体心立方晶 (Body centered cubic structure) であり、明確な高強度の回折線が得られた。なお、残留応力測定には(321)面を用いて行った。

図7はステンレス素材の回折図形を示す。この素材は面心立方晶 (Face centered cubic structure) を持ち、CrK $\alpha$ 特性X線で認められる高角度の回折線は127度近傍にしか存在しないために、特性X線の $k\beta$ 線を用い、高角度に回折面が存在する(400)回折面を用いて残留応力の測定を行った。

しかし、ステンレス素材の接合後の $k\beta$ 回折線はバックグラウンドが高くS/N比が小さい。また、集合組織による影響も考えられるが、角 $\phi$ 角

に対する回折線のプロファイルが著しく変化することが認められたために、同一回折面を複数測定してデータを整理した。

### 3-2 X線残留応力測定結果

各試料から得られた回折線のなかで各素材で選定した特定の回折面を用い、複合化試料について、表面の軸方向、断面領域の軸方向及び半径方向の残留応力を各々測定した。各試料の $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図のなかで代表例として、窒化珪素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) とタングステン (W) の断面部の測定結果を図8 a及びbに示す。残留応力値はこの線図の傾きと応力定数との積によって求めることができるが、各試料における応力定数は本来、4点曲げ試験片を作成し、試料に機械的応力を負荷させたときに認められる「機械的ひずみ」とその場所でのX線応力測定から求めた「X線のひずみ」とから応力定数をもとめなければならない。しかし、工業的にはこれらの材料における縦弾性係数(ヤング率、E)およびポアソン比( $\nu$ )が明らかとなっている場合は、各値を(5式)に代入し、計算によって応力定数を求めることができる。そこで、本測定の応力定数は各素材による既知の定数を使用し、

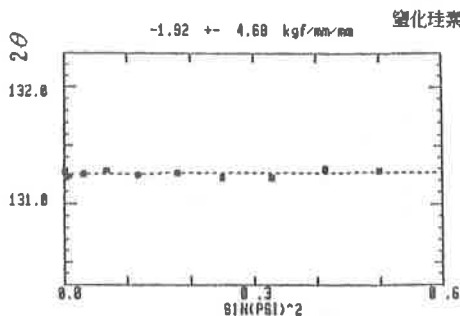


図8 a  $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図 (窒化珪素,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (323)面)

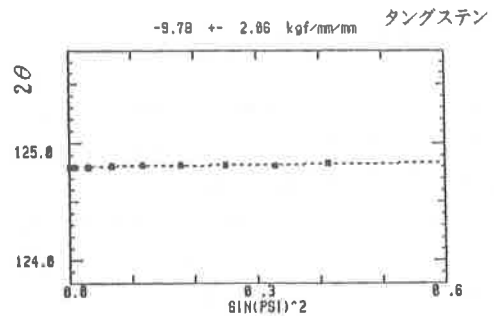


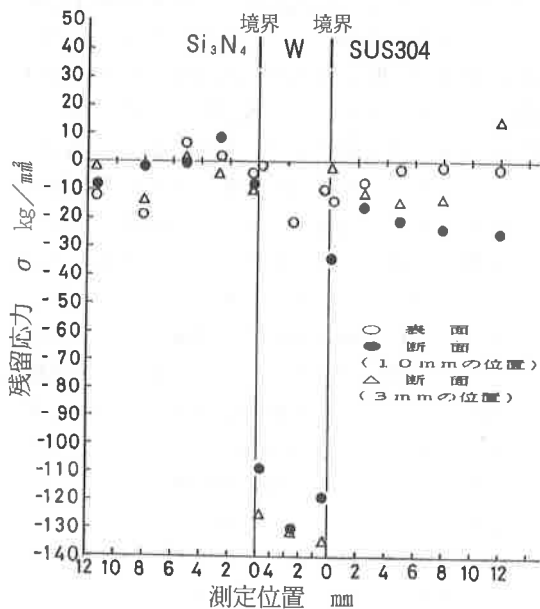
図8 b  $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図 (タングステン, W, (321)面)

計算によって求めた値を用いた。

窒化珪素-タングステン-ステンレス及び窒化珪素-銅箔-ステンレス等の各複合試料の残留応力測定は円筒形状の表面及び半円形状に切断した面について、焦点により、接合面の軸方向及び半径方向について、照射位置を移動しながら、各々の測定位置毎に応力を測定した。なお、切断面の表面状態は切断後、表面を砥粒で研磨し、弗酸で化学研磨した面について測定した。

### 3-2-1 試料1の場合

試料1は窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-タングステン(5.4mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレスの順に積層し、接合した複合試料であり、軸方向の表面と断面における残留応力測定結果を図9に示す。



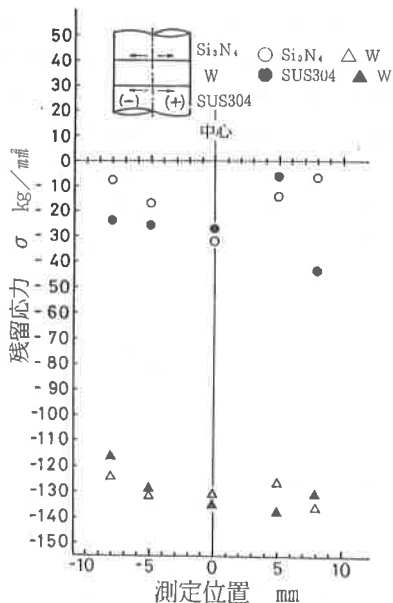
接合部の残留応力分布 (No. 1 試料, 軸方向Wインサート材, 5.4mm)

図9 接合部の残留応力分布

表面における残留応力分布は各素材の境界部において変化が認められた。また、各接合素材の残留応力は接合境界から離れるに従い、応力値が変化しない傾向を示した。なお、応力緩和のために用いたタングステン領域には圧縮応力が存在し、中心部が大きな値となった。また、タングステンを中心にステンレス領域に圧縮応力が存在し、窒化珪素領域に引張応力が存在する分布形態を示し

た。なお、宮城県工業技術センターで行った、この試料の超音波探傷試験結果では接合素材の窒化珪素領域にクラックの存在が認められたことから、接合後の表面はクラックの発生に伴う応力開放が起こっていると考えられ、その結果、X線による残留応力値が異なった傾向を示したものと推察される。

この複合試料を中心に切断し、切断面について、中心部(10mmの位置)と端部から3mmの位置について、残留応力を測定すると、ステンレス及びタングステン領域の残留応力は切断及び研磨時の影響のために圧縮応力が存在した。しかし、応力値はタングステン領域が $-110 \sim -140 \text{ kg/mm}^2$ と非常に大きい値を示し、ステンレス側は $-20 \sim -30 \text{ kg/mm}^2$ 程度であった。この違いは塑性変形能が大きいステンレスと高硬度・高強度で塑性変形能の小さいタングステンとの各素材による特性の違いによる影響であると考えられる。窒化珪素の領域は接合境界から2~3mmの領域に引張応力の存在が認められ、その後、圧縮応力となる分布形態を示した<sup>6)</sup>。なお、端面部の測定結果は中心部と同様な傾向を示す結果が得られた。タングステンの切断面は加工の影響を著しく受けるが、窒化珪素は同様な加工状態にもかかわらず、境界部近傍に引張応力の存在が認められた。この影響は接合後、



接合部の残留応力分布 (No. 1 試料, 半径方向Wインサート材, 5mm)

図10 接合部の残留応力分布

窒化珪素領域に存在した応力と加工による応力との相互作用により発生した結果である。よって、窒化珪素側には大きな引張応力の存在が推察される。

半径方向の残留応力測定結果を図10示す。この結果はX線照射位置を接合境界に調整し、中心から左右等間の位置を測定した時の残留応力分布形態を示す。窒化珪素の応力分布は中心から端面部になるに従い応力値が減少する傾向を示し、半径方向においては中心部に大きな残留応力が存在する。

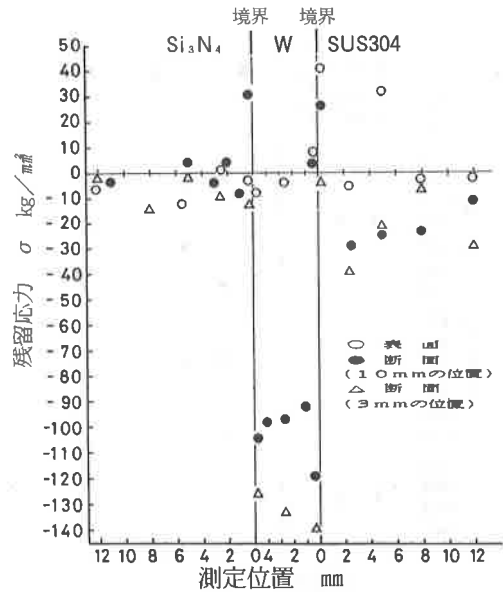
一方、ステンレス側では傾向が窒化珪素と逆な結果が得られた。これらの結果は軸方向の場合と同様に加工による塑性変形能の違いに起因するものと考えられる。また、タングステンの結果は半径方向及び軸方向との結果が同様な傾向を示した。このことは、タングステンの場合、切断及び研磨過程での変形挙動に方向性の無いことが考えられる。高脆材料の研磨による加工機構は塑性変形を起こさずに、表面の粒子脱落機構で加工が進行するために、応力値の測定方向の依存性が認められないことになると考えられる。

これらの結果から、X線による複合素材に発生する残留応力は軸方向と半径方向とは異なる応力形態を示すことが明らかとなった。なお、宮城県工業技術センターで行った、有限要素法による残留応力分布形態の解析結果との比較において、中心部の窒化珪素及びタングステン領域の応力分布形態の傾向はよく一致した結果が得られた。有限要素法における解析に用いた分割数は非常に細かく、X線応力測定による照射面積とは著しく異なるが相互の傾向がよく一致したことは、複合試料に発生する応力は接合過程における各素材の温度変化 ( $\Delta T = T_m - T_o$ ,  $T_m$ : 高温、 $T_o$ : 低温) に伴って発生する熱応力による影響が大きいと考えられる。

### 3-2-2 試料2の場合

複合試料2は窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-タングステン(5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレスの状態で接合したものである。試料1と比較して、新たに、銅箔0.5mmを各素材間に挿入して接合した試料である。この試料における軸方向の残留応力分布を図11に示す。

表面残留応力分布形態は試料1の結果と異なった傾向を示した。すなわち、ステンレスとタング



接合部の残留応力分布 (No. 2 試料, 軸方向Wインサート材, 5mm)

図11 接合部の残留応力分布

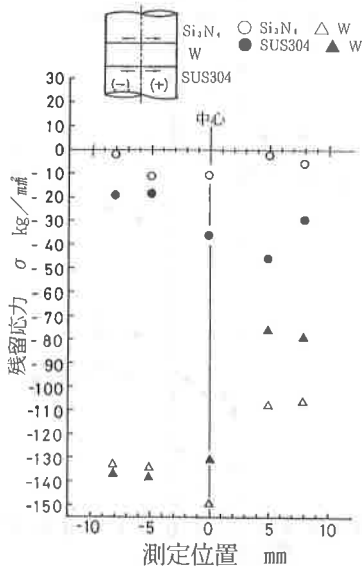
ステンの境界領域で引張応力が存在し、タングステン領域から窒化珪素領域に圧縮応力の存在する分布形態を示した。この素材の接合部近傍の超音波探傷検査においてはクラックの存在が認められなかったことから、試料1に比べ応力分布形態が異なり、タングステンを介して引張応力と圧縮応力とが釣り合う傾向を示した。この試料の接合には銅箔(0.5mm)を挿入していることから、各接合領域では銅による応力緩和効果が認められた。また、断面領域中心部の残留応力測定においてはタングステンの境界近傍の窒化珪素及びステンレス領域で引張応力が存在し、その後、圧縮応力となる分布形態を示した。なお、タングステン領域は試料1と同様に大きな圧縮応力が存在した。

半径方向の残留応力分布を図12に示す。測定方法は試料1の場合と同様である。窒化珪素及びステンレスの応力はほぼ中心部に最大応力値を示し、端部は応力値が低下する分布形態をとった。よって、半径方向は表面近傍になるに従い、引張応力側になる傾向を示した。

### 3-2-3 試料3の場合

試料3は試料2と同様な接合状態で、インサート材のタングステンの厚さを3mmに変化させた

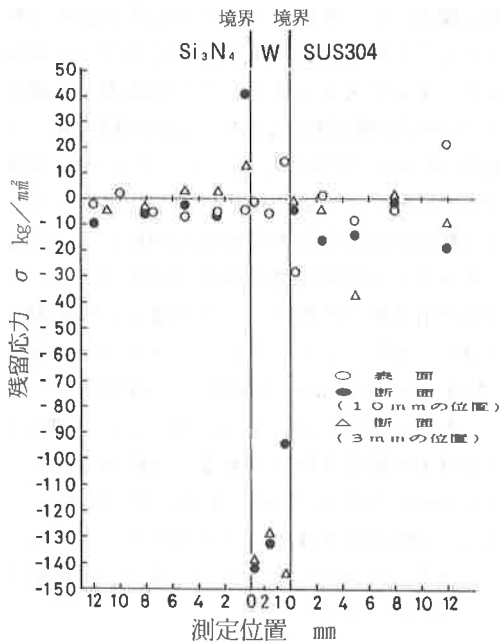




接合部の残留応力分布 (No. 2 試料, 半径方向Wインサート材, 5 mm)

図12 接合部の残留応力分布

きの複合材の測定結果である。接合状態は窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-タングステン(3mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-

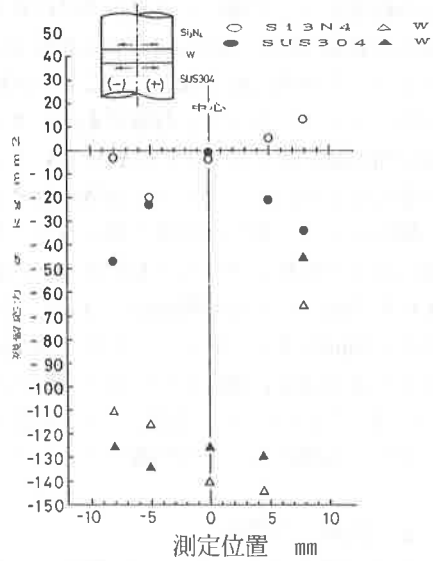


接合部の残留応力分布 (No. 3 試料, 軸方向Wインサート材, 3 mm)

図13 接合部の残留応力分布

銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレスの積層で接合した。軸方向の応力分布を図13に示す。窒化珪素は端面部に引張応力が存在し、内部は圧縮応力となる傾向を示した。一方、ステンレスの場合、表面層に圧縮応力が認められ、中心部は圧縮応力が小さい状態を示した。即ち、窒化珪素とステンレス界面においては応力が相反する状況を呈した。この状況はステンレスの切断及び研磨加工に伴い、ステンレスは塑性変形より大きな圧縮応力を表面に発生するが、窒化珪素は塑性変形能が低く、ステンレス側に発生した応力の影響を窒化珪素領域が受けるためと考えられる。また、タングステンも窒化珪素及びステンレス側共に大きな圧縮応力を示した。また、応力の形態は複合材の表面領域の応力が僅かながら低下する傾向を示した。

また、半径方向の残留応力分布(図14)は窒化珪素側で中心部に圧縮応力、端部に引張応力が存在し、ステンレス側では端部に圧縮応力が存在した。

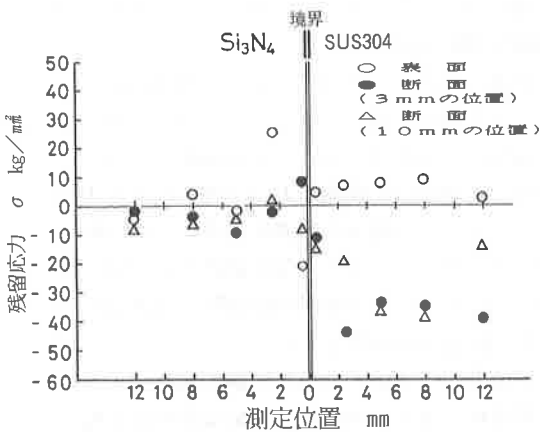


接合部の残留応力分布 (No. 3 試料, 半径方向Wインサート材, 3 mm)

図14 接合部の残留応力分布

### 3-2-4 試料4の場合

複合材製造過程でインサート材のタングステンを除き、0.5mm銅箔による窒化珪素とステンレスとの接合が可能となり、その試料を用いた時の残留応力測定結果を図15に示す。複合材の接合状態

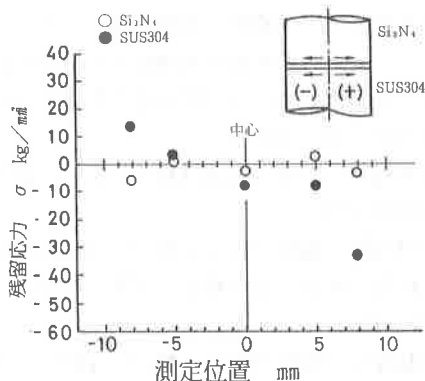


接合部の残留応力分布 (No. 4 試料, 軸方向W  
インサート材, なし)

図15 接合部の残留応力分布

は窒化珪素-Ag-Cu-Ti銀ろう-銅(0.5mm)-Ag-Cu-Ti銀ろう-ステンレスの状態である。

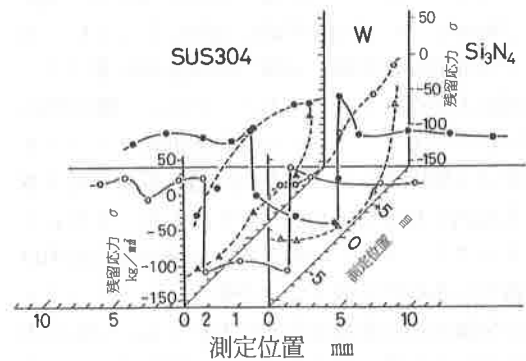
表面の残留応力分布はステンレス領域に引張応力が存在し、窒化珪素とステンレス界面には圧縮応力が認められるが、内部には引張応力が存在し、窒化珪素の生地領域は圧縮応力を示した。この試料は応力緩和材であるタングステンを用いていないが、応力分布形態は窒化珪素とステンレスとの領域で応力が釣合う傾向を示した。なお、切断面の中心部と端部の応力分布形態はステンレス側が圧縮応力を示し、窒化珪素領域では僅かな圧縮応力を示した。よって、ステンレス領域は加工による圧縮の変形効果が大きくなることが明らかである。



接合部の残留応力分布 (No. 4 試料,  
半径方向Wインサート材, なし)

図16 接合部の残留応力分布

一方、半径方向の残留応力分布(図16)は窒化珪素は零近傍の対象的な応力分布を示すが、ステンレス側は中心に対して、非対象な応力分布形態を示した。このことは、他の測定結果と異なり、加工による影響が応力値に影響を及ぼしているものと考えられる。なお、各試料における応力値の測定において、 $2\theta - \sin^2\phi$ 線図の $\phi$ 角が小さい領域では図15に示すように、直線性が認められないことが明らかとなった。この現象はX線応力測定における、X線侵入深さ方向に応力変化が存在することを示している<sup>7)</sup>。よって、複合材の切断及び砥粒による研磨には注意が必要と考えられる。



接合部の残留応力分布 (Wインサート材, 3 mm)

図17 接合部の軸方向及び半径方向の残留応力分布 (No. 3 試料)

図17は試料3の切断面の応力分布を3次元表示したときの結果を示す。実線は軸方向の応力を中心部(10mmの位置)と端部(3mmの位置)について示し、点線は窒化珪素(○印)及びステンレス(●印)とタングステン(△、▲印)との各境界における半径方向の応力分布を示す。軸方向の応力分布は共に窒化珪素とタングステンとの境界で引張応力の存在が認められ、窒化珪素領域になるに従い、応力値は圧縮応力となる傾向を示した。また、中心部と端部では応力分布形態が僅かに異なることから、接合後の応力分布形態は表面と内部とで異なると考えられる。また、半径方向の応力分布は窒化珪素とステンレスとの傾向が異なり、タングステンとの熱応力の発生は素材の材質により違うことが認められた。なお、軸方向と半径方向とで応力分布形態は異なるが、接合界面では複

雑な3次元的な応力が素材内に発生していることが推察される。セラミックスと金属との接合界面の応力分布は単純な形態でなく、セラミックス及び金属内においても引張応力と圧縮応力が混在して認められることが多く、今後、有限要素法による解析結果との対応性を図るためには更にX線照射面積を絞る、微小位置による応力値の信頼性を高めるための測定装置の改良及び測定方法の検討等が必要と考えられる。

#### 4. 結 言

窒化珪素とステンレス鋼の複合化材料について、緩衝材であるタングステンをを用いた場合及び直接銅箔を用いて接合したときの各複合材試料の表面及び断面についてX線残留応力測定を行った。接合材界面並びに断面には複合材製造時に発生した残留応力の存在が認められた。特に、引張残留応力の存在はセラミックスの接合界面にクラックを誘発する原因となり、接合材品質を著しく低下させる要因となることが明らかとなった。また、セラミックスと金属との接合界面領域の残留応力は複雑な分布形態を取ることが多く、セラミックス及び金属の接合部及び内部においても、引張応力と圧縮応力領域が存在することが認められている<sup>7)</sup>。今後の課題としては、X線応力測定においては、X線の照射面積を更に絞ることにより、より微小部分の応力分布を測定することが可能となり、セラミックスと金属との複合材料の評価方法として有効な測定手段となることが明確となった。しかし、照射面積の減少は測定回折面における積分強度の著しい低下を起し、その結果、測定回折線の再現性、回折結果の信頼性を低下させる要因となる。そのために、今後、測定結果の信頼性向上及び適用領域の拡大のために応力測定機器の改善等を考慮して行くことが必要と考えられる。

得られた結果を要約すると、下記の通りである。

- 1) セラミックスと金属との複合材のX線残留応力は素材の回折線を選択することにより測定可能となった。
- 2)  $2\theta - \sin^2\phi$ 線図のばらつきは測定回折面によって異なる結果が得られた。

3) タングステンのインサート材を使用した場合と用いない場合の軸方向の残留応力分布形態は明確な違いが認められない。

4) 表面の接合材界面近傍の応力は各試料により異なるが窒化珪素、ステンレス及びタングステン領域に引張応力の存在が認められた。また、切断及び研磨後の断面における軸方向の応力はステンレスでは加工の影響が顕著に認められたが、タングステンは大きな圧縮応力が存在した。各試料における応力分布形態は接合状況が異なっても、同様な傾向を示した。

5) 半径方向の残留応力分布形態は軸方向のそれと異なり、ほぼ、中心軸に対象な値を示した。応力値は中心と端面領域とで異なった値を示した。

6) 複合材の接合部近傍の残留応力はX線応力測定法で測定が可能となった。

終わりにあたり、本研究を行う過程で、工業技術院、機械技術研究所・高エネルギー加工課・鹿田順生課長には有益な討論並びにご教示を頂きました。ここに感謝の意を表します。

#### 参考文献

- 1) 田中俊一郎：微小X線による残留応力分布測定、日本金属学会秋季講演会概要集、10月(1989)
- 2) 日本材料学会、X線材料強度部門委員会編：最近のX線応力測定技術、(1989)
- 3) 松尾一雄、真木邦雄：セラミックスと金属接合の残留応力測定法、X線材料強度部門委員会資料(1988) X81-R3.
- 4) 鈴木賢治、田中啓介：各種エンジニアリングセラミックスのX線応力測定のための回折条件、第81回X線材料強度部門委員会資料、(1988) X81-R2-5.
- 5) 日本材料学会編：X線材料強度学、養賢堂(1980) 224.
- 6) 山田武海：機械の研究、40, 1 (1988) 124.
- 7) 米谷茂：残留応力の発生と対策、養賢堂(1981) 145.
- 8) 横堀寿光：機械の研究、40, 1 (1988) 104.