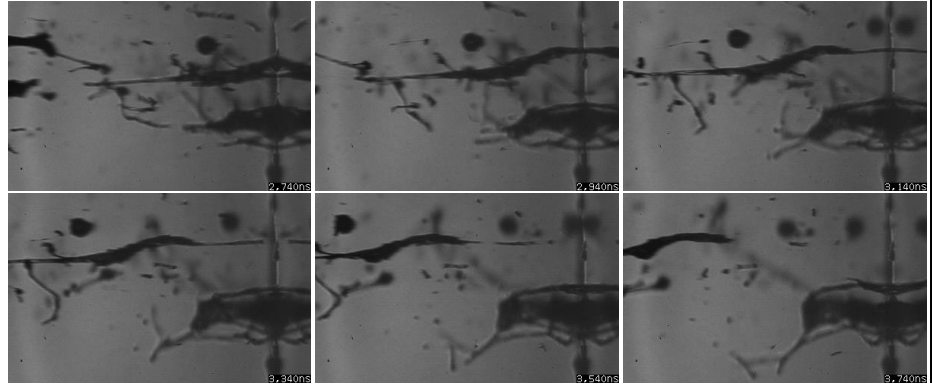
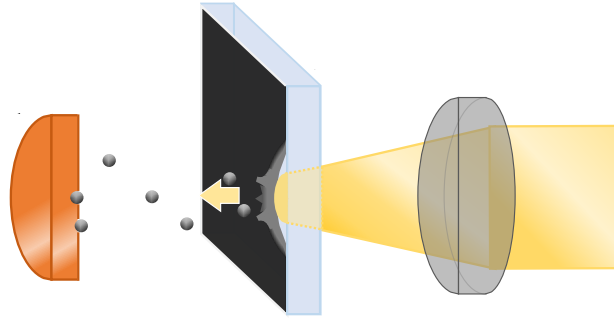


応力発光体を用いた マイクロ粒子の飛行速度計測法の開発

梶原 美紀¹、米津 明生²、矢野 文彬³、西川 祐貴³



■ 要旨

小規模な衝突実験技術としてレーザー誘起粒子衝突試験 (Laser Induced Particle Impact Test: LIPIT) が開発されました。本稿では、本技術による高速飛行粒子を高速度ビデオカメラHyper Vision™ HPV™-X2により撮影しました。併せて応力発光体による飛行速度計測法を開発し、HPV-X2による速度計測結果と比較することで、応力発光体による計測法の有用性を確認しました。また、LIPITの応用例として、金属材料の表面改質法を検討しました。高ひずみ・高ひずみ速度の衝突による塑性変形によって金属材料の組織が微細化され、材料強化になり得るという知見を得ることができました。

1. はじめに

高速飛行粒子による衝突実験技術は、航空・宇宙産業の材料強度研究や表面改質等の材料加工の分野で広く利用されてきました。従来法では大掛かりな実験設備を要しましたが、近年は小型でも微粒子の高速衝突が可能なLIPIT法が提案されています。LIPITはパルスレーザーによるレーザーアブレーションを駆動力とし、マイクロ・ナノ粒子を数km/sで射出可能です^{1) 2)}。このような実験技術の性能評価や被衝突材料の研究において飛行速度計測は重要であり、前報³⁾では高速度ビデオカメラHPV-X2により飛行粒子を撮影し、その画像から飛行速度を求めました。

本稿では、弾性変形のような微小変形でも発光する応力発光体を利用した飛行速度計測法を開発し、HPV-X2による速度計測結果から、その妥当性を評価しました。さらに、LIPITの応用例として新たな表面改質技術の可能性を調査しました。

2. レーザー誘起粒子衝突試験 (LIPIT) ⁴⁾

本稿の手法では、微小粒子を高速で発射させる駆動力としてレーザーアブレーションを用いました。発射された微小粒子がターゲット (被衝突材料) の試験片に衝突すると塑性変形による圧痕が生じます。この圧痕の深さから高ひずみ速度における変形強度を評価可能です。図1に本稿で使用したLIPITの概要を示します。Nd:YAGレーザーから発射されたパルスレーザーは、集光レンズを通過して発射台に照射されます。発射台は透明な拘束ガラスと黒色のエネルギー吸収層 (EA層) で構成され、アブレーション現象によって急激に体積膨張します。エネルギー吸収層表面に散布した微小粒子はその瞬間的な大変形に伴い、対象材料に向かって真直に発射されます。この粒子の飛行速度を計測するため、図2に示した高速度ビデオカメラ (HPV-X2) により粒子の可視化を行いました。

1 中央大学 大学院理工学研究科 精密工学専攻
2 中央大学 理工学部
3 島津製作所 分析計測事業部 Solutions COE

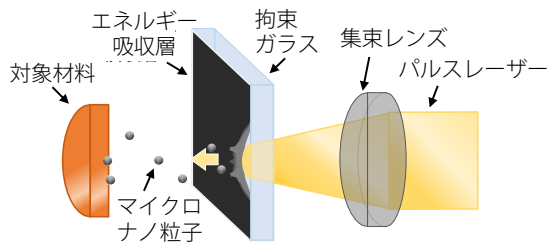


図1 レーザー誘起粒子衝突試験 (LIPIT)



図2 高速ビデオカメラ Hyper Vision™ HPV™-X2

3. 高速ビデオカメラHPV-X2による粒子速度計測^{5), 6)}

今回はシャドウグラフ法により、マイクロ粒子の飛翔挙動を撮影しました。撮影の様子を図3に、撮影装置を表1に示します。撮影速度5 Mfpsで、直径30 μm のジルコニア粒子 (30ZrO_2) の飛翔軌跡を明瞭に捉えており撮影に成功しました(図4)。また、粒子よりも飛散EA層が先行して飛翔することや先頭粒子が最も高速で飛翔することが撮影画像により明らかになりました。このような実験を様々なサイズや質量を有するマイクロ粒子に対しても行い、それぞれの飛翔速度を算出しました。その結果、最大で800 m/sに達する超高速飛翔粒子の撮影に成功しました^{5), 6)}。



図3 高速ビデオカメラによる撮影

表1 撮影装置

高速ビデオカメラ	: HPV-X2
顕微鏡	: Z16 APO
照明	: Cavilux

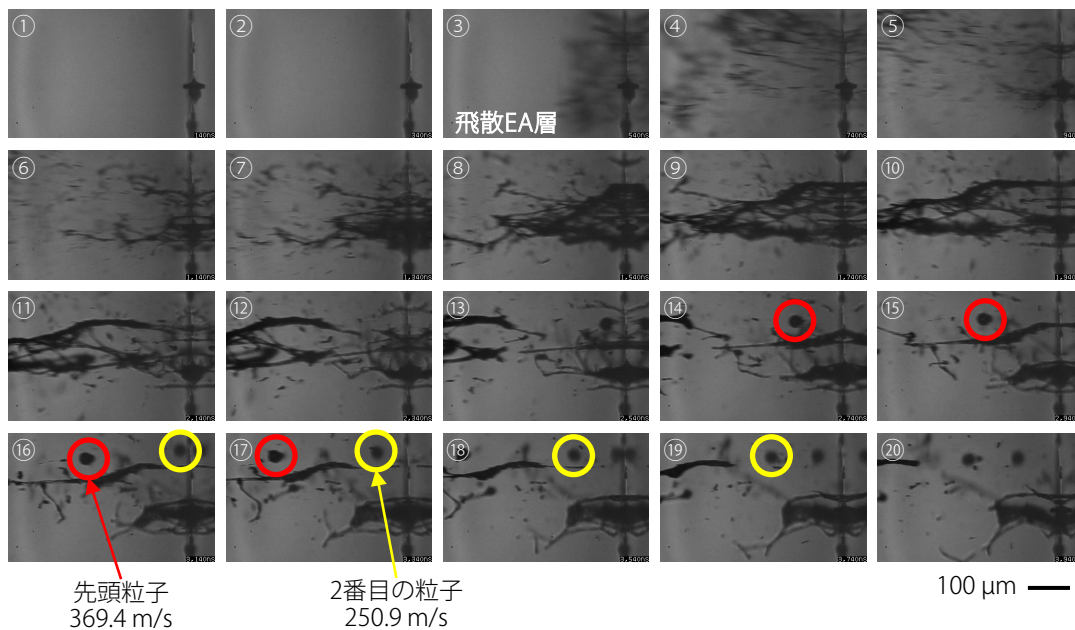


図4 高速ビデオカメラによる粒子速度計測結果 (画像間の撮影間隔は200 ns)

4. 応力発光体による粒子速度計測^{5), 6)}

今回使用した応力発光体（Mechanoluminescence：ML）は、機械的刺激を受けると発光によりエネルギーを解放する無機蛍光体です。弾性変形領域のような小さな変形でも発光し、繰り返し発光が可能です。この性質を利用し、図5に示すような粒子速度計測手法により、LIPITで射出した粒子をMLに衝突させたときの発光を計測しました。応力発光体は紫外線を当てて励起することで発光量が増大するため、試験前に30秒間紫外線を照射しました。今回使用したMLは、二液混合型エポキシ樹脂系接着剤と応力発光体粉末を混合した応力発光体混合樹脂をアルミ箔の上に塗布したものであり、これを「MLセンサー」と称します。射出された粒子がMLセンサー表面に衝突すると発光強度が上昇するため、強度上昇までの時間を取得しました。発光量は、光電子増倍管で光子を電気パルスに変換し、オシロスコープで出力することで計測しました。出力波形は図5のように得られ、3 V程度のパルス1つを光電子1つと見なして数え上げます。オシロスコープで計測される光電子のパルスは、発光体の無負荷時の燐光（ノイズ）、飛散EA層衝突による発光、粒子衝突による発光、の3つの要因に由来し、これらが混在します。そのため、粒子速度を求めるためには粒子衝突による発光と、その他の発光を分離する必要があります。

そこで、図6(a)の「粒子なし（飛散EA層のみ）」と図6(b)の「粒子あり」の条件でデータを取得し、この2条件を1組の実験として、それぞれ粒子射出時刻から各時間までに発生した光電子を累積してプロットした結果、図6(c)のようになりました。このグラフから、2つの曲線が重なる初期の立ち上がり部分は、粒子よりも先に飛翔する飛散EA層の衝突による発光であることがわかります。これは図4に示す高速ビデオカメラの撮影画像によっても裏付けられます。その後、2本の曲線は乖離して発光量の差が発生しており、この差分は粒子衝突によるものと考えられるため、この乖離点を先頭粒子の衝突時刻としました。本手法の粒子速度の平均値と高速ビデオカメラで計測した値を比較し、得られた結果を図7に示します。この結果、各粒子でよく一致していることから、開発したMLセンサーの手法による粒子計測は成功したといえます。この速度計測法の詳細な検証は、参考文献4)、5)に記述されています。

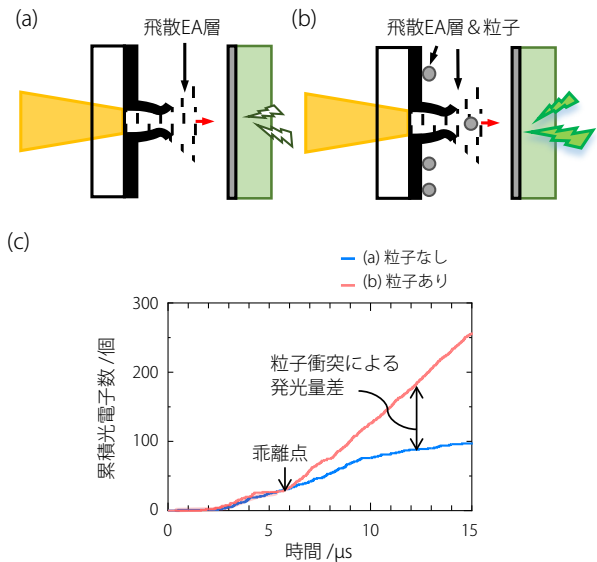


図6 粒子衝突とその他の発光を分離して粒子速度を算出
(a) 粒子なし、(b) 粒子あり、
(c) 各時間における累積光電子数 (0 sが射出時刻)

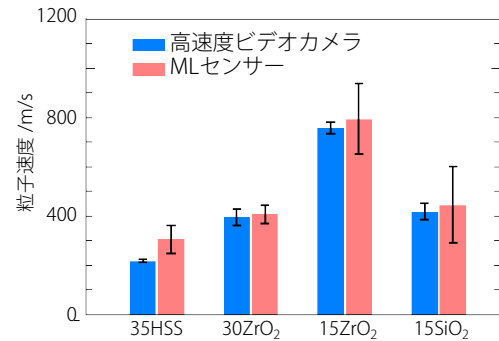


図7 高速ビデオカメラとMLセンサーで求めた粒子速度の比較

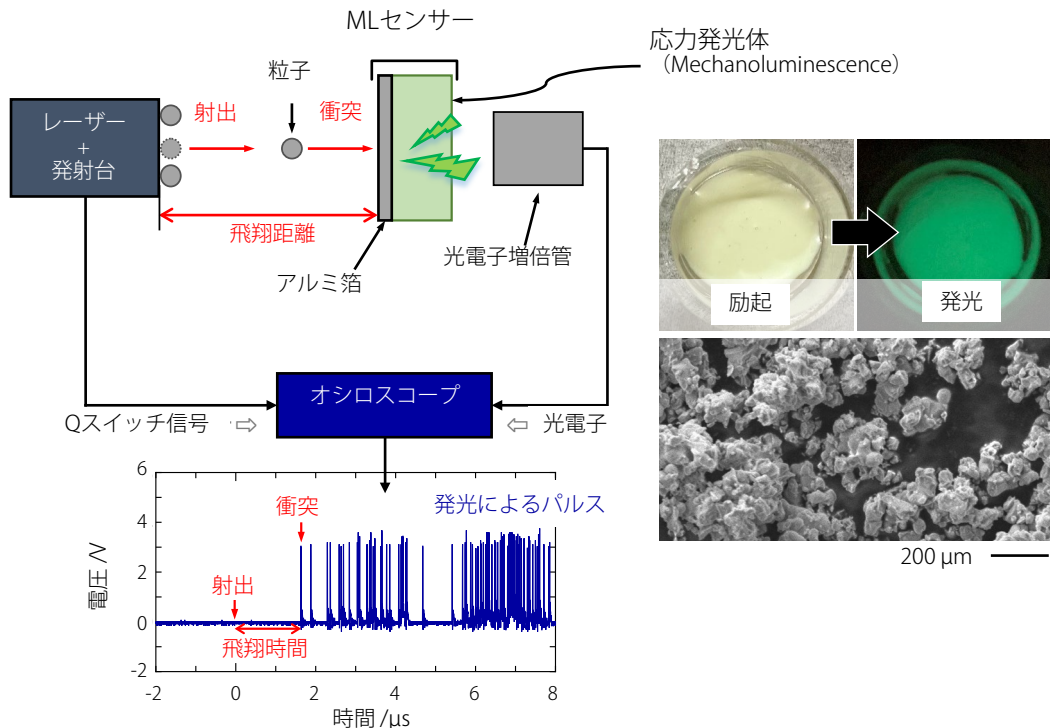
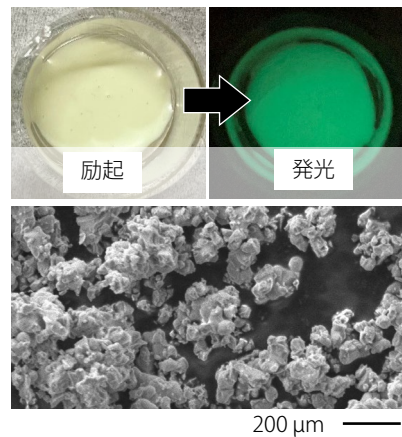


図5 応力発光体を用いた粒子の速度計測法の概略図



5. LIPITの応用例（金属材料の微視組織）

純銅試験片に対し、 15ZrO_2 と 30ZrO_2 を用いてLIPITを実施しました。その衝突圧痕の観察結果を図8に示します。図8(a)に 15ZrO_2 、図8(b)に 30ZrO_2 の衝突圧痕から得たSEM像と、走査型レーザー顕微鏡より取得した圧痕断面形状例を示します。圧痕の深さはそれぞれ平均で 15ZrO_2 が約 $7.4\ \mu\text{m}$ 、 30ZrO_2 が約 $11.6\ \mu\text{m}$ です。また、各圧痕直径でその深さを除した球ひずみを計算すると、 15ZrO_2 では0.6、 30ZrO_2 では0.4となり、高速に衝突する 15ZrO_2 の方がより大きな塑性ひずみを発生させていました。

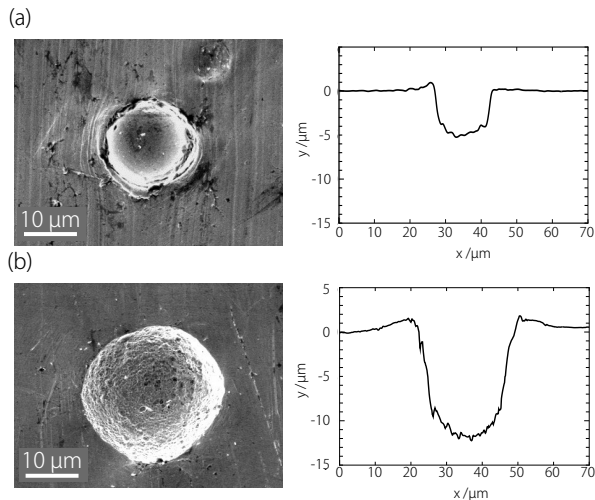


図8 純銅に生成した衝突痕のSEM像と断面形状
(a) 15ZrO_2 のLIPITによる衝突痕
(b) 30ZrO_2 のLIPITによる衝突痕

球ひずみがより大きくなるように、 15ZrO_2 が $750\ \text{m/s}$ で衝突するLIPITを純鉄に適用し、生じた衝突痕の断面を切り出してSIM像を取得しました。比較として準静的な押し込み試験（ダイナミック超微小硬度計：DUH™-510S、球圧子を使用）により生じた圧痕についても同様に断面を観察しました。それぞれの断面SIM像を図9に示します。図9(a)はLIPITによる衝突痕の断面であり、衝突痕近くの材料内部に、ナノサイズの微細な結晶粒が生成されたことがわかりました。一方、図9(b)は準静的な押し込み試験による圧痕の断面であり、SIM像の緩やかな変化はみられますが、LIPITの衝突痕で観察されたような微細な結晶粒は生成されませんでした。このような微視組織の相違は、ひずみ速度とひずみ量の違いに起因すると考えられます。特に、LIPITのひずみ速度は $10^7\ \text{s}^{-1}$ に達し、準静的な押し込み試験（ $10^2\ \text{s}^{-1}$ ）との差は極めて大きくなっています⁷⁾。

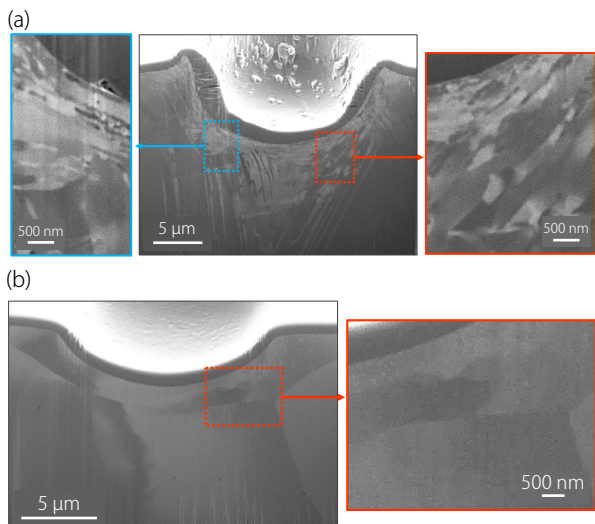


図9 純鉄に生成した衝突痕の断面を切り出して取得したSIM像
(a) 15ZrO_2 のLIPITによる衝突痕
(b) ダイナミック微小硬度計による圧痕

次に、LIPIT衝突痕による機械的性質の改善を検討するため、DUH-510Sを用いて、衝突痕近くにナノインデンテーション試験を実施しました。このときの最大試験力と荷重速度はそれぞれ $10\ \text{mN}$ 、 $1.49\ \text{mN/s}$ であり、バーコピッチ圧子を用いました。図10に純鉄の結果を示します。図10(a)は衝突痕周囲の圧痕点の顕微鏡写真、図10(b)は押し込み曲線、図10(c)は硬さの分布を示します。この結果から、LIPIT衝突痕付近では準静的な荷重の圧痕では見られない硬さの上昇があることがわかりました。このように高ひずみ・高ひずみ速度の塑性変形によって対象材料の純鉄基材の組織が微細化されたと考えられ、LIPITが新たな表面改質法になり得ることが示されました。

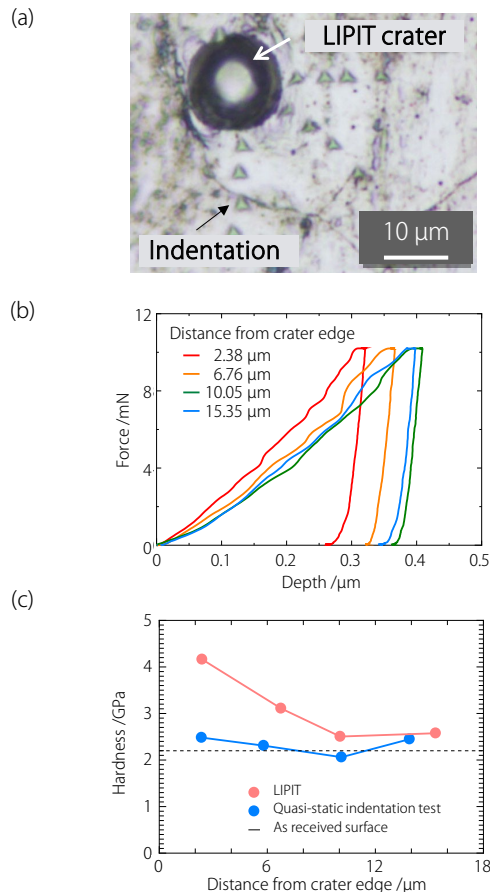


図10 衝突痕周囲のナノインデンテーション試験：
(a) 試験後の光学顕微鏡写真
(b) LIPIT衝突痕における押し込み曲線
(c) 圧痕縁からの距離と硬さの関係

■まとめ

マイクロ・ナノスケールの微粒子を高速衝突させるLIPITを構築し、応力発光体を用いた粒子の飛翔速度計測法を開発しました。LIPITは単一もしくは少量の微小粒子を高速衝突させるユニークな技術ですが、更なる実用化のためには粒子の飛翔速度計測が重要となります。そこで、高速度ビデオカメラ HPV-X2を用いて粒子の飛翔挙動を撮影し、撮影画像から飛翔速度を求めました。また、応力発光体を用いて粒子の衝突時の発光現象を捉えるMLセンサーを開発し、粒子衝突速度を測定しました。この結果と高速度ビデオカメラの計測結果を比較することで、MLセンサーの有用性を検証しました。なお、このセンサーでは粒子衝突に先行して発光が観察されましたが、HPV-X2による可視化によって飛散EA層の衝突が原因であると特定できました。

以上のように、LIPIT技術は微小粒子の衝突試験を実現し、微小スケールかつナノ秒時間のダイナミックな力学現象を創出できる特徴を有しています。これにより、新たな材料特性や未知の力学現象を創出できるほか、様々な表面加工技術としての展開も期待できます。本稿では金属材料の表面改質法としての検討例を紹介し、高ひずみ・高ひずみ速度による微視組織導入が材料強化になり得ることを示唆しました。今後は更なる表面改質技術にLIPITを展開するため、粒子速度や粒子形状を変更していく予定です。そのためにも粒子速度や飛翔挙動の可視化技術は不可欠であり、本稿でご紹介したHPV-X2は本研究のような超高速の飛翔粒子挙動の可視化に適した高速度ビデオカメラといえます。

<謝辞>

本研究は、JSPS科研費 JP 20K20966、JP 23K17724、JP 24KJ 2000、およびJST、ACT-X、JPMJAX24D4、および公益財団法人三豊科学技術振興協会の助成を受けたものです。記して謝意を表します。

<参考文献>

- 1) J.-H. Lee, D. Veysset, J. P. Singer, M. Retsch, G. Saini, T. Pezeril, K. A. Nelson and E. L. Thomas, "High strain rate deformation of layered nanocomposites", Nature communications, Vol. 3, No. 1, p. 1164 (2012).
- 2) D. Veysset, Y. Sun, S. E. Kooi, J. Lem, and K. A. Nelson, "Laser-driven high-velocity microparticle launcher in atmosphere and under vacuum", International Journal of Impact Engineering, Vol. 137, p. 103465 (2020).
- 3) マイクロ粒子の超音速飛翔の高速度撮影-レーザー誘起粒子衝突試験の開発- [Application News No.01-00514-JP](#)
- 4) M. Kajihara, K. Nagaami, T. Miyagawa, T. Kondo, A. Yonezu, "Development of a velocity measurement method for a microparticle projectile and high-speed impact testing of metallic materials for grain refinement", Acta Materialia, Vol. 262, No. 119467, 2024. doi: 10.1016/j.actamat.2023.119467
- 5) 梶原美紀, 長網奏里, 米津明生, マイクロ粒子衝突速度計測のための応力発光体センサーと粒子衝突試験法の開発材料, 73巻4号 pp.341~348, 2024年
- 6) 梶原美紀, 米津明生, 「粒子移動速度計測装置及び粒子移動速度計測方法」, 特願2022-171734 (2022年10月26日)
- 7) R. Komine, S. Yasuda, M. Kajihara, and A. Yonezu, "Material parameters in constitutive equation for plastic deformation at a high strain rate estimated by high-velocity microparticle collisions", Journal of Materials Engineering and Performance, (2022), doi: 10.1007/s11665-022-07507-8.

Hyper Vision、HPVおよびDUHは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

初版発行：2024年10月

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。