

レーザピーニングによる3D造形セラミック部材の長寿命化

横浜国立大学 大学院 工学研究院

教授 高橋 宏治

(2021年度 一般研究開発助成 AF-2021203-B2)

キーワード：レーザピーニング，3D積層造形，圧縮残留応力

1. 研究の目的と背景

セラミックスの3D造形に関する研究は、国家プロジェクトとしても進められており、注目される研究分野である。これらのプロジェクトでは、新しい3D造形法の開発を中心進められているが、機械的特性の評価に関する研究や機械的特性を向上させる研究は少ない。

3D造形セラミックスの強度・信頼性を向上させるために、焼結後に熱間等方圧加压(HIP)を実施し、内部欠陥の寸法を減少させる方法が提案されている¹⁾。しかし、この方法を採用したとしても、表面の欠陥を縮小させることはできない。

セラミックスに対してショットピーニング(SP)を行うことにより、表面に圧縮残留応力を導入し、見かけの破壊靭性値を向上できることが報告されている²⁾。しかし、SPにより表面き裂の発生を誘発してしまうという課題がある。

本研究で着目するレーザピーニング(LP)は、図1に示すようにパルスレーザの照射によって生じる高圧のレーザプラズマと材料表面の機械的な相互作用を利用した表面処理技術である。SPと比べ、深い層まで圧縮残留応力を導入することが可能である。さらに、投射材と基材が直接接触しないため、材料表面にき裂などの欠陥が入りにくいという特徴がある。しかし、セラミックの強度・信頼性向上に対してLPを実施した例は少ない^{3)~5)}。

本研究では、従来製法で作成したセラミックスと3D造形したセラミックスにLP施工を行った後、圧縮残留応力を導入することで、強度・信頼性を向上し、長寿命化することを目指す。本報告では、表面の圧縮残留応力、表面粗さ、表面観察の結果を示す。圧縮残留応力を導入するための適切なLP施工の条件を見出すことを目的とする。

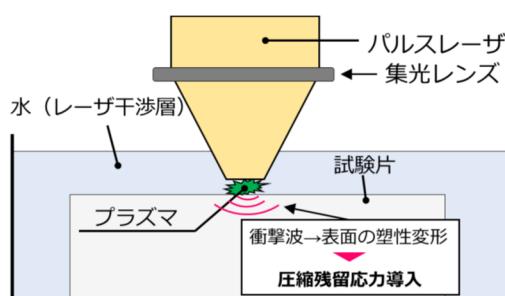


図1 レーザピーニングによる圧縮残留応力の導入

2. 実験方法

2・1 供試材と試験片

供試材には、市販の窒化ケイ素と新東Vセラックス(株)の3DプリンターCERAMAKER 900によって成形後、焼結により作製した窒化ケイ素の板材を用いた。以降、従来方法で成型した市販の窒化ケイ素を「従来材」、3D積層造形で成型した窒化ケイ素を「3D材」と呼ぶ。3D材については、図2に示すような位置、方向で積層した。3D材および従来材それぞれの供試材から、機械加工により図3に示すような3mm×4mm×24mmの試験片を作製した。試験片の表面は鏡面研磨加工が施されている。

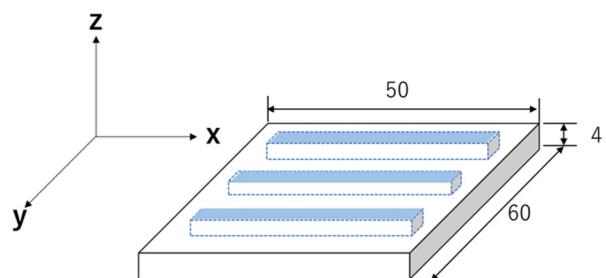


図2 供試材の形状と試験片の採取位置

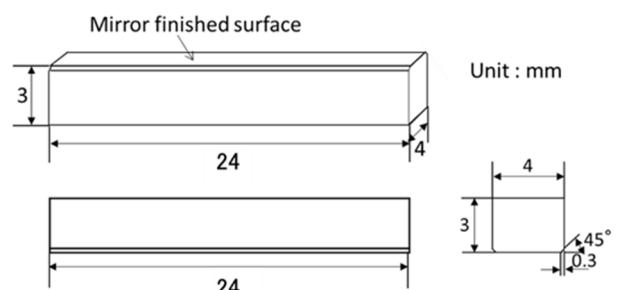


図3 試験片形状と寸法

2・2 レーザピーニング処理条件

本研究では、大阪大学の佐野らが開発した小型・可搬型の低出力レーザピーニング装置を用いてLP施工を行った。LPは、基本波長1064nmのNd:YAGレーザを用いて、水中で実施した。その際、試験片表面へのコーティングは行っていない。試験片を自動ステージに固定し、自動ステージが上下左右に移動することで、レーザピーニング処理

できるようになっている。

表1にLP施工に用いたレーザの特性を示す。レーザのスポット径(D)は0.2 mm, パルス計測時間(t)は0.43 nsとした。試験片表面へのコーティングは施工しなかった。また、レーザのパス数は1回のみとした。

表1 LP施工に用いたレーザの特性

Laser	Nd: YAG laser
Coating	None
Pulse duration [ns]	0.43
Repetition rate [Hz]	50
Spot diameter [mm]	0.2
Path number	1

表2はLPの施工条件のうち、変化させたパラメータを示す。パルスエネルギー(E_p)を3種類、パルス密度(N_p)を3種類に変化させた。単位面積あたりに投入されるエネルギーであるパワー密度(G)および単位面積あたりの照射痕の重なりの度合いを示すカバレージ(C_v)は、それぞれ式(1)および式(2)から算出される。

$$G = \frac{E_p/t}{A_p} \quad (1)$$

$$C_v = A_p \times N_p \times 100 \quad (2)$$

A_p は、次のように計算されたビームスポット面積を示す。

$$A_p = \pi D^2 / 4 \quad (3)$$

本研究では、従来材については、表2のLP1～LP9の9条件を、3D材についてはLP7～LP9の3条件の施工を行った。

表2 レーザビーニングの施工条件（変化パラメータ）

	Pulse energy E_p [mJ]	Irradiation density N_p [Pulse/mm ²]	Power density G [GW/cm ²]	Coverage C_v [%]
LP1	0.6		4.44	
LP2	1.2	100	8.88	314
LP3	2.4		17.77	
LP4	0.6		4.44	
LP5	1.2	400	8.88	1257
LP6	2.4		17.77	
LP7	0.6		4.44	
LP8	1.2	1600	8.88	506
LP9	2.4		17.77	

2・3 表面近傍の各種特性の評価方法

表面粗さ測定には、触針式表面粗さ測定器を用いた。測定はJIS B 0601に準拠し、カットオフ値0.8 mm, 評価長さ4 mm, 測定速度0.2 mm/sとした。粗さを示すパラメータとして、算術平均粗さ R_a と最大粗さ R_y を測定した。

X線残留応力測定はcos α 法を用いて表3に示す条件を行った。各条件において導入される残留応力を調査するた

めに試験片長手方向の表面残留応力を3回ずつ測定した。また、深さ方向の残留応力分布を評価するために、深さ方向への逐次研磨を行い、残留応力測定を行った。Cr-K α 特性X線によるSi₃N₄の(212)面の回折を利用した。

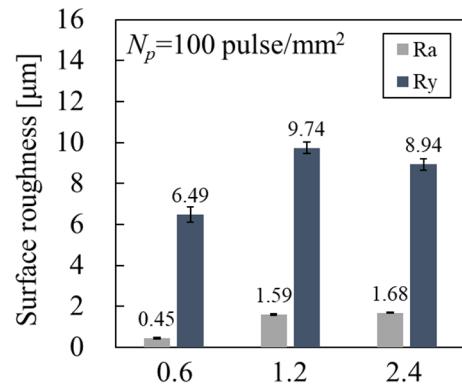
表3 残留応力測定条件

Measuring method	cos α method
Characteristic X ray	Cr-K α
Diffraction angle [deg]	131.614
Diffraction plane	Si ₃ N ₄ (212)
X-ray irradiation time [s]	60
Incident angle [deg]	29
Tube voltage [kV]	30.0
Tube current [mA]	1.0

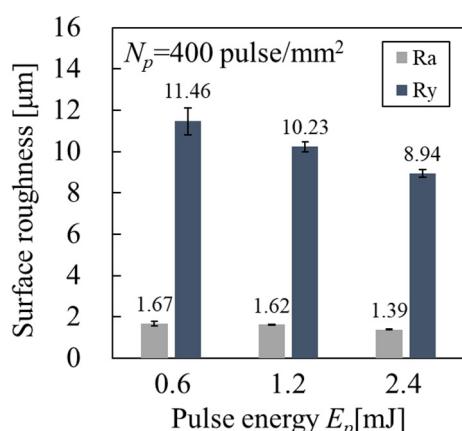
3. 実験結果および考察

3・1 表面粗さ

図4(a)～(c)に、従来材について、それぞれ、パルス密度 N_p が100, 400および1600 pulse/mm²でLPを施した試験片の表面粗さを示す。未処理の試験片の表面粗さは $R_a=0.016\mu\text{m}$ と最大粗さ $R_y=0.18\mu\text{m}$ であった。いずれの条件においても、未処理の場合よりも表面粗さは増加した。しかし、パルスエネルギーおよびパルス密度と表面粗さの間に明確な相関は見られなかった。



(a) 100 pulse/mm²



(b) 400 pulse/mm²

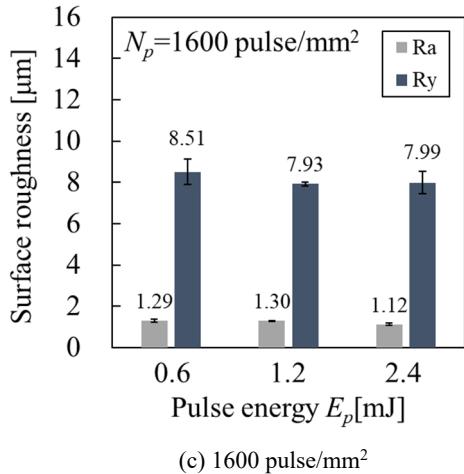


図4 レーザピーニングを施工した窒化ケイ素（従来材）の表面粗さ測定結果

図5に3D材において、 N_p が1600 pulse/mm²でLPを施した試験片の表面粗さを示す。未処理の場合よりも表面粗さは増加したが、パルスエネルギーと表面粗さの間に明確な相関は見られなかった。

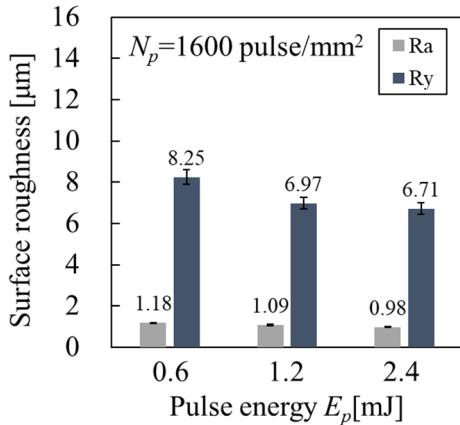


図5 レーザピーニングを施工した窒化ケイ素（3D材）の表面粗さ測定結果

3・2 表面の観察結果

レーザピーニングを施工した窒化ケイ素の表面観察を行った。図6に従来材、図7に3D材の結果を示す。いずれの場合も、パルス密度は1600 pulse/mm²である。図中(a)は未処理材、(b), (c), (d)は、パルスエネルギーがそれぞれ0.6, 1.2, 2.4 mJである。いずれの場合も、未処理に比べ、レーザピーニングを施工した場合には、表面が粗くなっているが、パルスエネルギーが変化しても表面の状態は同等である。この結果は、粗さの傾向と同様である。

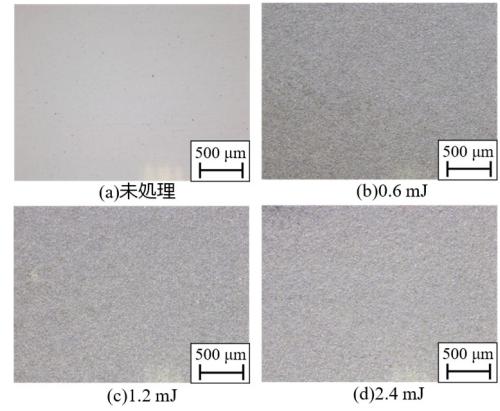


図6 レーザピーニングを施工した窒化ケイ素（従来材）の表面観察結果、1600 pulse/mm²

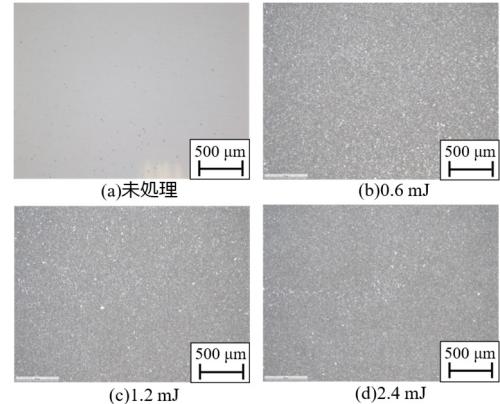
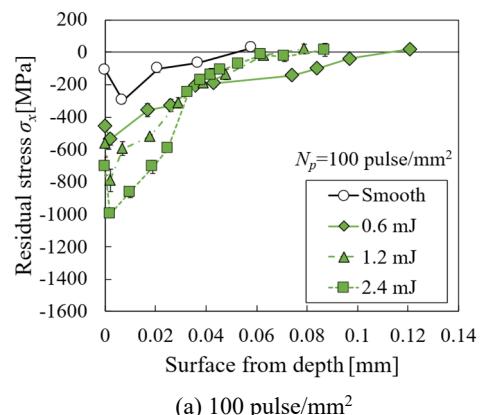


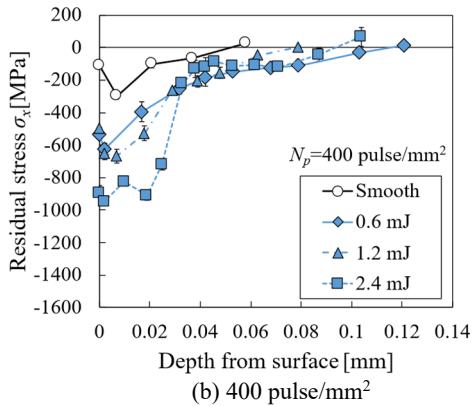
図7 レーザピーニングを施工した窒化ケイ素（3D材）の表面観察結果、1600 pulse/mm²

3・3 残留応力分布

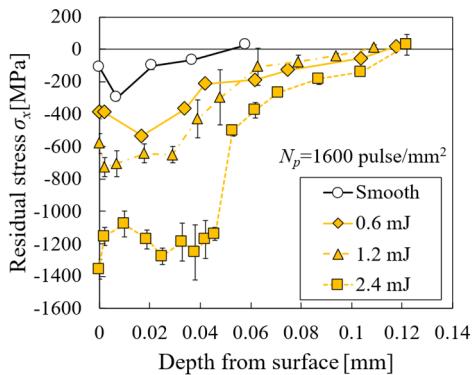
図8にレーザピーニングを施工した窒化ケイ素（従来材）の表面から深さ方向への残留応力の分布を測定した結果を示す。(a)は100 pulse/mm²、(b)は400 pulse/mm²、(c)は1600 pulse/mm²の結果である。図9(a)および(b)は、それぞれ、従来材および3D材の表面における残留応力を比較した結果である。これらの結果より、パルスエネルギーを増加させると、表面の圧縮残留応力が増加する傾向が見られた。また、パルス密度を増加させると、圧縮残留応力の導入深さが増加する傾向が見られた。



(a) 100 pulse/mm²

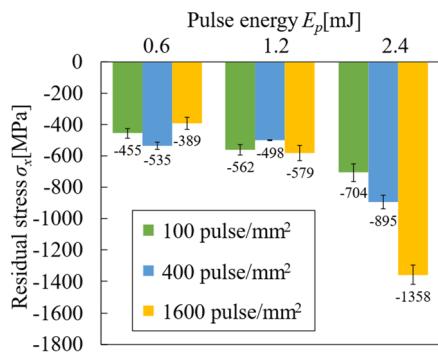


(b) 400 pulse/mm²

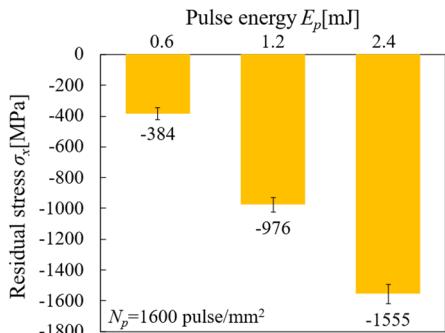


(c) 1600 pulse/mm²

図 8 レーザピーニングを施工した窒化ケイ素（従来材）の残留応力分布



(a)従来材



(b)3D 材

図 9 レーザピーニングを施工した窒化ケイ素の表面における残留応力の値

4. 結言

本研究では、従来製法で作成した窒化ケイ素セラミックスと3D造形した窒化ケイ素セラミックスにレーザピーニング施工を行った後、表面粗さを測定するとともに、表面の観察を行った。さらに、表面から深さ方向への残留応力分布の測定を行った。レーザピーニングのパラメータとして、パルスエネルギーとパルス密度を変化させた。レーザピーニングを施工することにより、表面粗さは増加したが、表面に大きな圧縮残留応力を導入できることを明らかにした。特に、パルスエネルギーやパルス密度を増加させるほど、圧縮残留応力の値が増加した。今後は、レーザピーニングを行った試験片の曲げ強度や疲労強度特性を評価する予定である。

謝 辞

本研究の実施に多大なご支援をいただいた、公益財団法人天田財団に御礼申し上げます。また、新東工業株式会社および新東Vセラックス株式会社には、3D積層造形した窒化ケイ素の素材をご提供いただきました。大阪大学・特任教授の佐野雄二様には、レーザピーニング施工を実施いただきました。ここに記して感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 廣田健, 中村維吹, 渡辺一匡, 谷口智紀, 加藤将樹, 上杉直輝, 木村英夫, 中田啓之: 粉体および粉末冶金, 67-8 (2020), 431.
- 2) K. Takahashi, Y. Nishio, Y. Kimura, K. Ando : Journal of the European Ceramic Society, 30-15 (2010), 3047.
- 3) P. Shukla, R. Crookes, H. Wu: Materials & Design, 167-5 (2019), 107626.
- 4) F. Wang, X. Yan, L. Liu, M. Nastasi, Y. Lu, B. Cui: Materials Research Letters, 9-3, (2021) 155.
- 5) K. Saigusa and K. Takahashi: Int. J. Peening Science and Technology, 1 (2019) 221.
- 6) Y. Sano, K. Masaki, Y. Mizuta, S. Tamaki, T. Hosokai, T. Taira: Metals, 11 (2021) 1716.