難塑性加工材適用型ドライレーザピーニング技術の開発

大阪大学　大学院工学研究科　マテリアル生産科学専攻
教授　佐野　智一
（2023 年度 一般研究開発助成 AF-2023211-B2）

キーワード：ドライレーザピーニング，フェムト秒レーザ，超高張力鋼

１．研究の目的と背景

構造物・機器の破壊の 80%以上は金属の疲労が原因だと言われている。従って、金属の疲労特性を向上させることによって、構造物・機器の寿命を延ばし、安全性を高めることが出来る。疲労特性を向上させる技術として、ピーニングがある。ピーニングとは、ハンマーや金属の微小球を金属にうちつけ、塑性変形を起こすことによって金属を硬化させ、圧縮残留応力を付与し、結果的に疲労特性を向上させる加工法である。現行の加工法を表 1 に示す。ハンマーピーニング、ショットピーニングといった接触式の方法と、レーザピーニングのような非接触の方法に大別される。現行のレーザピーニングではナノ秒レーザが用いられ、塑性変形を起こすのに十分な衝撃波を誘起するために、アブレーション時のプラズマ膨張を抑制するための水などの媒質中で施工される。これまで、水などのプラズマ閉じ込め媒質を用いず、非接触なピーニング加工法は存在しなかった。申請者が考案した“ドライレーザピーニング”は、これを可能とするピーニング加工法である [1]。

表 1　ピーニング加工法一覧

ピーニングツール	接触/非接触	水などの媒質
ハンマー ショット 微粒子 超音波	接触	不要
ナノ秒レーザ キャビテーション	非接触	必要
フェムト秒レーザ	非接触	不要

申請者はこれまで、フェムト秒レーザパルスを空気中で材料表面に集光照射することによって衝撃波が駆動され、材料中を伝播し、このフェムト秒レーザ駆動衝撃波によって高密度転位や準安定構造が形成されることを世界に先駆けて明らかにしてきた [5,9,10]。また、フェムト秒レーザ駆動衝撃波を金属表面に 2 次元的に重畳して負荷することにより、金属表層が硬化し、圧縮残留応力が付与されることを見出し、この手法を“ドライレーザピーニング”と名付けた [1]。また、ドライレーザピーニングを施した純鉄の表層を透過電子顕微鏡観察したところ、高密度転位を有する特異なナノ結晶が存在することがわかった [2,3,4,7]。このことから、ドライレーザピーニング過程は従来の強加工プロセスとは機構が異なることを示した。さらに、申請者らが構築したフェムト秒レーザ駆動衝撃圧縮現象その場計測装置を用いて、ピーニング初期過程の格子ひずみをその場計測したところ、これまで予想されなかった 1.8×10^9 /s の超高速かつ 22 GPa に相当する巨大な弾性ひずみが誘起されていることを発見し、それが転位の核生成を誘起し高密度転位を形成することを示唆した [6,8]。

これまでの研究では、塑性加工が容易である面心立方(FCC)構造のアルミニウム合金に対してピーニング効果を付与することに成功してきた。ところが、初期強度および初期転位密度が高く、従来の機械加工法では塑性加工が困難である超高張力鋼のような難塑性加工材に対する適用可能性は未だ不明である。この超高張力鋼に対してピーニング効果を付与することが出来るドライレーザピーニング法を開発することを本研究の目的とする。

２．実験方法、結果および考察

本研究の供試材料には、1180 MPa 級超高張力鋼 HT1180（日本製鉄製）を用いた。以降では HT1180 と記述する。機械的性質を表 2 に示す。試料のサイズは、厚さ 1 mm、長さ 10 mm、幅 10 mm の薄板である。実験の前処理として、耐水研磨紙#1200、#1500 および#2000 を用いた研磨を、数が大きくなる順番で行った後に、粒径 1 μm のダイヤモンド粒子を用いたバフ研磨による鏡面研磨を行った。

波長 800 nm、パルス幅 100 fs で、エネルギーの空間分布がガウス分布であるフェムト秒レーザ（Spectra-Physics 製 Solstice Ace）を使用した。

フェムト秒レーザアブレーション痕形状の観察および測定を行うために、種々のパルスエネルギー条件のフェムト秒レーザを試料に対して各 5 点ずつ照射した。このとき、大気中の 1 パルスあたりの照射痕のアブレーション深さが測定に不十分なため、試料表面の 1 点に対してフェムト秒レーザを複数回照射し、生じた照射痕のアブレーション深さを照射パルス数で割ったものを 1 パルスあたりのアブレーション深さとした。

HT1180 に対する DLP を行うために、図 1 に示すように、X 軸をレーザ走査方向として連続的にステージを移動させた後に、レーザ走査方向に垂直な方向である Y 軸方向へ各条件で定められたステップだけ移動させることを繰り返すことによって、試料表面全体にフェムト秒レーザを照射した。本研究では、レーザパルスの照射密度の指標として、カバレージ C を用いた。カバレージ C(%)とは、1 点に対し照射されるレーザパルスの数を示している。レーザ照射により形成される照射痕の直径を D (mm)、レーザの照射間隔を L (mm)とすると、$C = 100\pi D^2/(4L^2)$と表され

る。そして、レーザ照射によって形成される照射痕を光学顕微鏡で観察し、その直径を測定した。カバレージは、X-Y 自動ステージの移動速度を変化させることで照射間隔を変え、制御した。

走査型電子顕微鏡（SEM : Scanning Electron Microscope, JEOL 製 JSM-IT500）を用いて、フェムト秒レーザ照射によって生じたアブレーション痕形状および DLP 施工後の試料表面の観察を行った。

共焦点レーザ顕微鏡（KEYENCE 製 VK-9700）を用いて、各パルスエネルギー条件でのフェムト秒レーザ照射によって生じた照射痕のアブレーション深さの測定を行った。測定時の顕微鏡の倍率は、大気中の場合、パルスエネルギーが 0.5 mJ 以下の条件では 100 倍、パルスエネルギーが 0.7 mJ 以上の条件では 50 倍とした。また、ピッチは 0.05 μm とした。各パルスエネルギー条件の 5 点の照射痕からアブレーション深さを測定し、平均値をそのパルスエネルギーでのアブレーション深さと決定し、5 点のうちの最大値と最小値をエラーバーとした。

DLP 施工後の試料の表面硬さを調べるために、マイクロビッカース硬さ試験を行った。試料表層にデブリが堆積したまま本試験を行うと、圧痕が不明瞭になり正確な値を得られないため、試験前に粒径 3 μm および 1 μm のダイヤモンド粒子を用いたバフ研磨により、デブリを取り除いた。試験条件は、荷重 200 gf、保持時間 10 s とした。各条件で 12 回ずつ測定を行い、最大値と最小値を除いた 10 回の平均値を最終的な値とし、10 回の最大値と最小値をエラーバーとした。

DLP 施工後の試料の応力状態を調べるために、レーザ照射後の試料に対して cosα 法による残留応力測定を X 線残留応力装置（パルステック製 μ-X360s）を用いて行った。本実験では、波長 2.2897 Å である Cr 管球の Kα 線を試料表面に対し 35 deg の角度で入射し、測定には(211)面を回折面として用いた。このとき、X 線的弾性係数としてヤング率 $E = 224$ GPa、ポアソン比 $\nu = 0.280$ を計算に使用した。任意の 2 点で±X, ±Y 方向の合計 4 方向から X 線を照射して測定し、それぞれの方向からの測定値の平均を、X および Y 方向における残留応力値とし、測定値の最大値と最小値をエラーバーとした。ただし、デブリ直下の試料表層の残留応力状態を正確に測定するために、試験前に粒径 3 μm および 1 μm のダイヤモンド粒子を用いたバフ研磨によりデブリを取り除いた。また、深さ方向の残留応力を測定するために、室温で電解研磨を繰り返し行い、逐次 X 線残留応力測定を行った。電解研磨によって除去される厚みは、クーラントプルーフマイクロメータ（Mitutoyo 製 MDC-MX）を用いて研磨前後の試料厚さを測ることで求めた。

図 1 に示すように、フェムト秒レーザを大気中、室温下において、焦点距離 70 mm の平凸レンズで集光し、3 軸自動ステージ上に設置した試料表面に照射する。各レーザ条件において、レンズと試料表面の距離を変えながらシングルショットを行い、光学顕微鏡で照射痕を観察することで、照射痕が最も小さくなる時の位置を試料の固定位置とした。また、このときに照射痕の直径を測定した。

大気中におけるフェムト秒レーザアブレーション痕形状を評価するために、パルスエネルギーが 30 μJ～5.0 mJ の各条件で 8 パルスずつフェムト秒レーザを照射した。大気中における HT1180 に対する DLP 効果を評価するための実験でのレーザの照射条件を表 2 に示す。

表 2　ドライレーザピーニング実験条件

Pulse energy (mJ)	Spot diameter (μm)	Pulse interval (μm)	Coverage (%)	Irradiation pulse density (pulse/mm^2)	Intensity (W/cm^2)	Fluence (J/cm^2)
0.5	60	10	2827	1.00×10^4	1.8×10^{14}	18
		8	4418	1.56×10^4		
1.0	85	28	724	1.28×10^3	1.8×10^{14}	18
		14	2895	5.10×10^3		
	80	10	5027	1.00×10^4	2.0×10^{14}	20
		8	7854	1.56×10^4		
3.0	130	22	2742	2.07×10^3	2.3×10^{14}	23
		16	5185	3.91×10^3		
5.0	180	30	2827	1.11×10^3	2.0×10^{14}	20
	170	22	4690	2.07×10^3	2.2×10^{14}	22
6.3	240	40	2827	6.25×10^2	1.4×10^{14}	14

大気中でHT1180にフェムト秒レーザを照射した後に形成されたアブレーション痕の典型的なSEM画像を図2に示す。アブレーション痕の外縁部にはナノ周期微細構造(LIPSS：Laser Induced Periodic Surface Structure)が形成されていることが確認された。本研究で使用しているレーザは、ガウシアン分布であるため、中心部にレーザ強度が高いレーザ光が照射され、外縁部にはレーザ強度がアブレーション閾値以下で照射されたためであると考えられる。共焦点レーザ顕微鏡によるアブレーション深さ測定結果を図3に示す。パルスエネルギー条件が500 μJまでは、パルスエネルギーの増加に伴ってアブレーション深さが増加する傾向にあることが確認された。しかしながら、500 μJを境にパルスエネルギーの増加に伴ってアブレーション深さが減少する傾向に転じていた。これらの結果より、高パルスエネルギー条件においては、レーザのスポット径が拡大することで、レーザのフルエンスが減少傾向に転じ、結果としてアブレーション深さが減少したと考えられる。

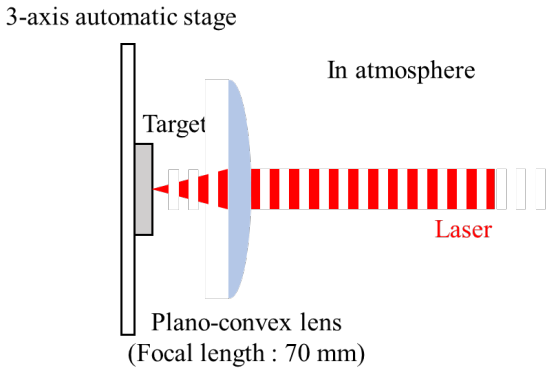


図1　ドライレーザピーニング実験セットアップ

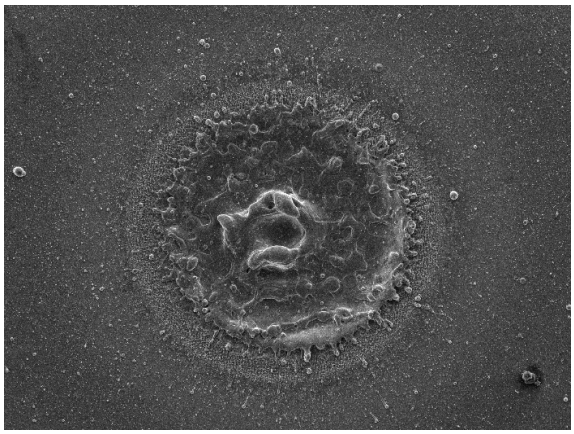


図2　パルスエネルギー0.5 mJで形成されたクレーターのSEM像

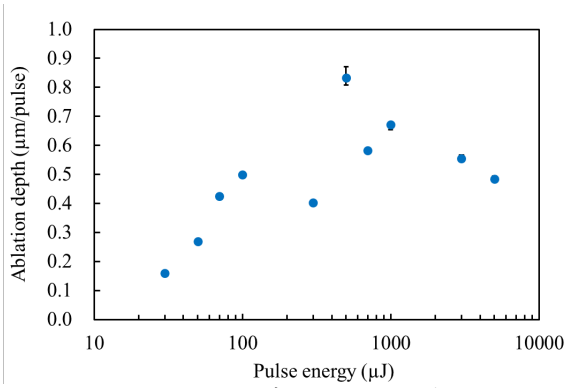


図3　アブレーション深さ

SEMによって観察したHT1180のDLP施工後の試料表面の典型的なSEM画像を図4に、共焦点レーザ顕微鏡による表面粗さ測定の結果を図5に示す。すべての条件において、DLPによって生じた粒状のデブリが、試料表層に堆積している様子が確認された。また、これによりすべての条件において表面粗さが増加している。パルスエネルギーとカバレージの各条件が、1.0 mJ、6300%および5.0 mJ、4900%であるときのSEM画像に注目すると、パルスエネルギーが同様である他条件と比較して、デブリの粒径が大きくなっていることが確認された。これは、表層の溶融によるデブリの凝縮と増加が原因であると考えられる。しかしながら、表面粗さの測定値にはそのような傾向が表れておらず、デブリ粒径が大きくなったからといって必ずしも表面粗さが増加するわけではないことがわかった。

次に図5のパルスエネルギーが1.0 mJの条件に注目すると、はじめはカバレージの増加に伴って表面粗さは増加するが、途中で減少に転じる傾向があることが確認された。また、他のパルスエネルギー条件では、カバレージ条件が

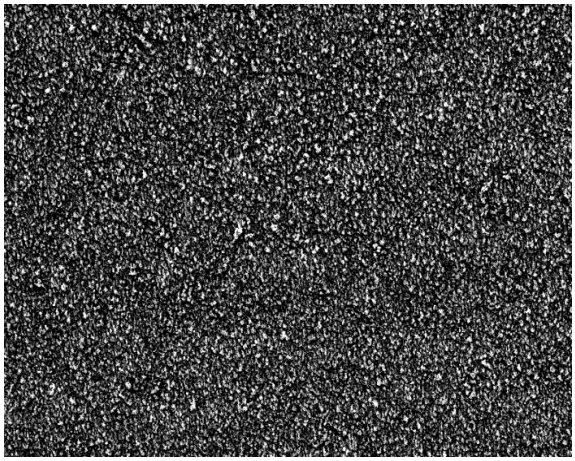


図4　パルスエネルギー1.0 mJ、カバレージ4900%でドライレーザピーニング施工した表面のSEM像

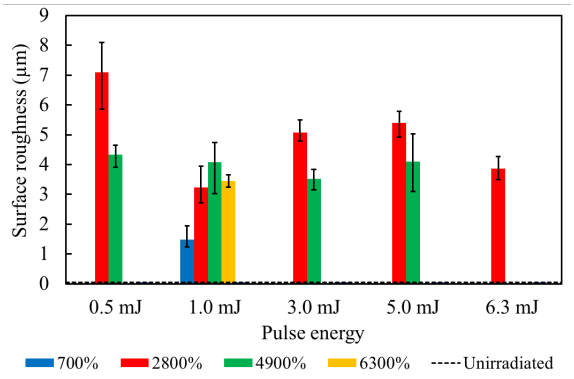


図5　表面粗さ

2800%よりも 4900%の方が、表面粗さの測定値が小さくなっていた。これは、カバレージの増加つまりは同じ領域に繰り返し照射されるパルス数が増加することで、アブレーション深さが増加して表面粗さが増加するが、あるパルス数でアブレーション深さが限界に達したことが原因だと考えられる。限界に達した後のレーザパルスのエネルギーは熱として吸収されることで、試料表面が溶融して平滑化し、結果的に表面粗さが減少したと考えられる。また、カバレージ条件が同様でパルスエネルギーが異なる条件に注目すると、カバレージ条件が 2800%の場合は、パルスエネルギーが 0.5 mJ の条件で表面粗さが最大となり、パルスエネルギーが 1.0 mJ 以上の条件では、表面粗さが一様に増加したり減少したりすることはなかった。カバレージ条件が 4900%の場合は、パルスエネルギーの変化に対する表面粗さの変化は小さかった。

マイクロビッカース硬さ試験による表面硬さ測定結果を図 6 に示す。パルスエネルギーが 1.0 mJ、カバレージが 6300%の条件以外のすべての条件で、DLP によって表面硬さが増加した。パルスエネルギーが 1.0 mJ である条件に注目すると、表面粗さ測定結果と同様に、はじめはカバレージの増加に伴って表面硬さは増加するが、どこかで減少に転じる傾向があることが確認された。これも表面粗さの測定結果と同様の原因があると考えられる。カバレージの増加つまりは同じ領域に繰り返し照射されるパルス数が増加することで、レーザ誘起衝撃波の伝播回数が増加し、転位が導入されることで結果的に表面硬さが増加する。しかし、あるパルス数でアブレーション量が限界に達し、それ以降のレーザパルスのエネルギーが熱として材料表面に吸収されることで、転位の再配列が生じて、結果的に硬さが減少したと考えられる。他にも、カバレージが大きいと表層に堆積したデブリ量が多いために、レーザが阻害されたということも考えられる。パルスエネルギーが 3.0 mJ および 5.0 mJ の場合に、表面硬さが減少しているのもこれらの要因が影響していると考えられる。

次に、パルスエネルギーの増加に対する表面硬さの変化に注目すると、パルスエネルギーの増加に伴って表面硬さ

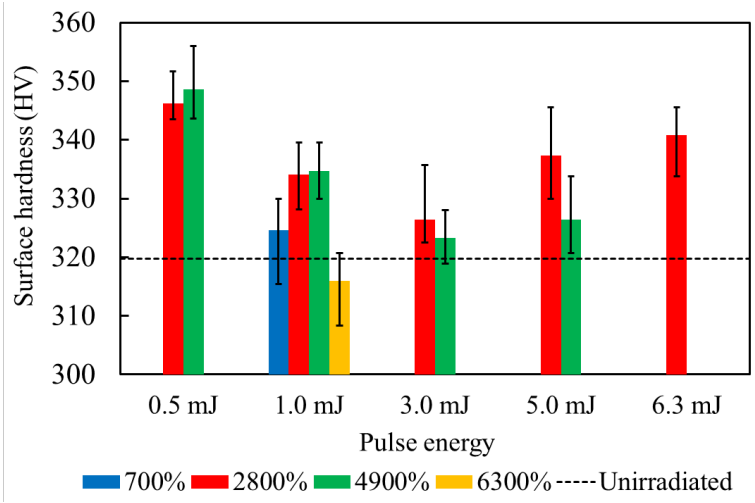


図 6　表面硬さ

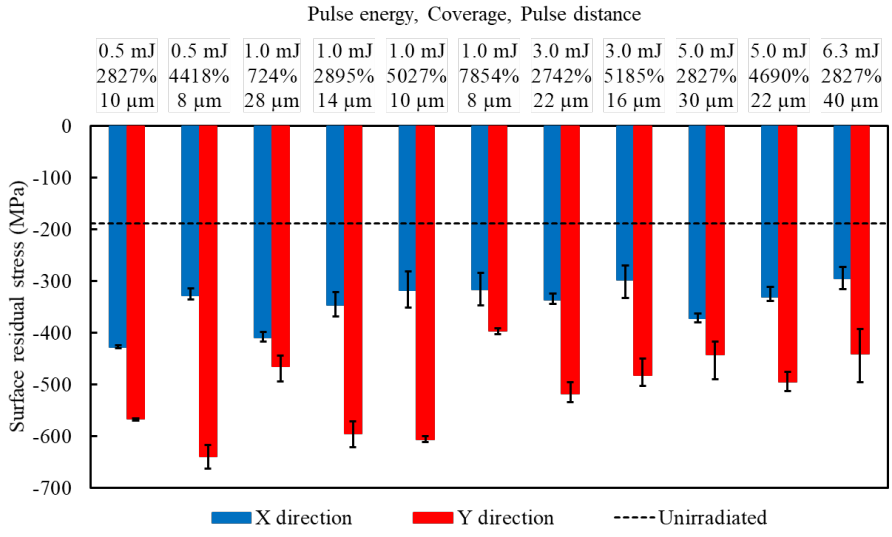


図 7　表面残留応力

が増加する傾向にはないことが確認された。これは高パルスエネルギー条件においては、レーザのスポット径が拡大することで、レーザのフルエンスの変化が小さくなり、結果としてパルスエネルギー増加に対してレーザ衝撃圧力が維持あるいは減少したからであると考えられる。

表層の X 線残留応力測定結果を図 7 に示す。すべての条件において、未照射材と比較して圧縮残留応力が大幅に付与されていることが確認された。パルスエネルギーが 1.0 mJ、カバレージが 6300%の条件およびパルスエネルギーが 3.0 mJ の条件を除くと、圧縮残留応力の大きさはカバレージの増加に伴って増加していることが確認された。これは、カバレージを増加させると、単位面積あたりに衝撃波が伝播する回数が増え、その分塑性変形量が増加したからだと考えられる。パルスエネルギーが 1.0 mJ、カバレージが 6300%の条件およびパルスエネルギーが 3.0 mJ の条件において、カバレージ増加に伴って圧縮残留応力の大きさが減少したのは、転位の消滅つまり塑性変形量の減少が生じたことが原因であると考えられる。また、表面硬さと同様に、パルスエネルギーの増加に伴って圧縮残留応力の大きさが増加する傾向にはないことが確認されており、原因も表面硬さの場合と同様であると考えられる。

３．結論

ドライレーザピーニングが、初期強度および初期転位密度が高く従来の機械加工法では塑性加工が困難である超高張力鋼のような難塑性加工材に対して適用可能であることが、本研究によって示された。ドライレーザピーニングは、水やガラスといったプラズマ閉じ込め媒質を必要とせず、施工材の表面へのカーボンテープやアルミニウムテープといったコーティングも不要であることから、今後より多くの産業分野への展開が期待される。

謝　辞

本研究を遂行するにあたりご支援頂きました公益財団法人天田財団に心より感謝申し上げます。

参考文献

1） T. Sano, T. Eimura, S. Iwata, N. Matsuyama, R. Kashiwabara, T. Matsuda, Y. Isshiki, A. Hirose, K. Arakawa, T. Hashimoto, S. Tsutsumi, K. Masaki, and Y. Sano, “Femtosecond Laser Peening without Sacrificial Overlay under Atmospheric Conditions,” 5th International Conference on Laser peening and Related Phenomena, University of Cincinnati, USA, May 10-15, 2015.（招待講演）

2） T. Matsuda, T. Sano, K. Arakawa, O. Sakata, H. Tajiri, A. Hirose, “Femtosecond laser-driven shock-induced dislocation structures in iron,” Applied Physics Express 7, 122704-1-4 (2014).

3） T. Matsuda, T. Sano, K. Arakawa, A. Hirose, “Dislocation structure produced by an ultrashort shock pulse,” Journal of Applied Physics 116, 183506-1-5 (2014).

4） T. Matsuda, T. Sano, K. Arakawa, A. Hirose, “Multiple-shocks induced nanocrystallization in iron,” Applied Physics Letters 105, 021902-1-4 (2014).

5） 佐野智一, 廣瀬明夫, “固体のフェムト秒レーザー駆動衝撃圧縮,” レーザー研究 Vol. 42, No. 6, 452-455 (2014).

6） T. Sano, “Ultrafast Structural Dynamics of Shock-Compressed Iron Probed with XFEL,” Symposium TT: Advanced Materials Exploration with Neutrons and X-Rays - The State-of-the-Art in the International Year of Crystallography, 2014 MRS Fall Meeting & Exhibit, Boston, USA, Nov. 30 - Dec. 5, 2014.（招待講演）

7） 松田朋己, 佐野智一, 廣瀬明夫, 荒河一渡, “フェムト秒レーザー駆動衝撃波により形成される衝撃初期の転位組織,” 日本金属学会 2014 年秋期（第 155 回）講演大会, 名古屋大学, 平成 26 年 9 月 24-26 日.（第 23 回優秀ポスター賞受賞）

8） T. Sano, T. Matsuda, A. Hirose, M. Ohata, T. Terai, T. Kakeshita, Y. Inubushi, T. Sato, K. Miyanishi, M. Yabashi, T. Togashi, K. Tono, O. Sakata, Y. Tange, K. Arakawa, Y. Ito, T. Okuchi, T. Sato, T. Sekine, T. Mashimo, N. Nakanii, Y. Seto, M. Shigeta, T. Shobu, Y. Sano, T. Hosokai, T. Matsuoka, T. Yabuuchi, K.A. Tanaka, N. Ozaki, R. Kodama, "X-ray free electron laser observation of ultrafast lattice behaviour under femtosecond laser-driven shock compression in iron," Scientific Reports 13, 13796 (2023).

9） M. Tsujino, T. Sano, O. Sakata, N. Ozaki, S. Kimura, S. Takeda, M. Okoshi, N. Inoue, R. Kodama, K. F. Kobayashi, and A. Hirose, “Synthesis of submicron metastable phase of silicon using femtosecond laser-driven shock wave,” Journal of Applied Physics 110, 126103-1-3 (2011).

10） T. Sano, H. Mori, E. Ohmura, and I. Miyamoto, “Femtosecond laser quenching of the ε phase of iron,” Applied Physics Letters 83, 3498-3500 (2003).