フェムト秒レーザーピーニングによる炭素鋼の表面処理

津山 美穂¹, 柴柳 敏哉², 塚本 雅裕², 阿倍 信行², 中野 人志¹

¹近畿大学大学院 総合理工学研究科エレクトロニクス系工学専攻 (〒577-8502 大阪府東大阪市小若江3-4-1)

²大阪大学 接合科学研究所 (〒567-0047 大阪府茨木市美穂ヶ丘11-1)

Surface Treatment of Carbon Steel by Femtosecond Laser Peening

Miho TSUYAMA,¹ Toshiya SHIBAYANAGI,² Masahiro TSUKAMOTO,² Nobuyuki ABE,² and Hitoshi NAKANO¹

¹Program in Electronic Engineering, Interdisciplinary Graduate School of Science and Engineering, Kinki University,
3-4-1 Kowakae, Higashi-osaka, Osaka 577-8502

²Joining and Welding Research Institute, Osaka University, 11-1 Mihogaoka, Ibaraki, Osaka 567-0047

(Received July 30, 2009)

Femtosecond laser peening has been demonstrated in carbon steel. The sample used in this study, commercial S45C carbon steel annealed for various temperatures, was investigated under femtosecond laser-shock loading in plasma confined by water. Vicker's microhardness is used to probe work hardening due to the plastic deformation induced by laser peening. Our results indicate that the femtosecond laser has the potential to improve the mechanical performance of S45C carbon steel. The effects of laser peening depend on the laser irradiation parameters and the initial state of S45C adjusted by annealing temperature before laser irradiation. The optimum temperature of the heat treatment for laser peening has been estimated to be 600 degree through hardness measurements.

Key Words: Laser peening, Laser hardening, Femtosecond laser, Carbon steel, S45C

1. はじめに

レーザーピーニングは、レーザー誘起衝撃波によって金属表面を冷間加工することにより、圧縮残留応力層や硬化層を発生させる表面処理技術である¹⁻³⁾。ショットピーニングとの類似性からレーザーピーニングと呼ばれているが、欧米ではレーザー衝撃処理ということもある。

レーザーピーニングは金属疲労や応力腐食割れに対する防止策として使用されている。その対象は、航空機部品や原子力発電所などの高い信頼性が要求される部分である^{1,4)}。ショットピーニングは無数の鉄あるいは非鉄金属の球(ショット)を高速度で金属表面に衝突させ、金属の機械的性質を変化させる技術である⁵⁾。そのため、ショットピーニングを行った金属面は無数のくばみで覆われ、表面が粗くなる。また、ピーニング処理後にショット材の回収作業が必要となる。

レーザーピーニングの最大の特長は深さ1 mmにも及ぶ表面処理が可能にあることにある。また、材質・形状・部位に応じてパルスエネルギーなどの条件を制御することが容易であり、ショットピーニングのようなショット材の回収作業を必要としない。さらに、非接触であり、ピーニング処理中の反力が生じない等の特長を備えている。そのため、高い信頼性が要求される原子炉や航空機

部品などの処理に利用可能となる^{1,6)}。現在報告されているレーザーピーニングの研究はNd:YAGレーザーやガラスレーザーのナノ秒パルスを用いたものが多く、種々のレーザーパラメータ変化や対象試料の初期状態変化に対するピーニング効果に関しては明確になっていない。

我々はレーザーピーニング用の光源として、フェムト秒レーザーを検討している⁷⁾。フェムト秒レーザーは、その高いピーク強度により、極めて大きな衝撃圧力を対象試料に与えることができる⁸⁾。金属の塑性変形を端緒とするレーザーピーニングにおいては、強い衝撃圧力の発生は有利である。しかしながら、フェムト秒レーザーピーニングの報告例は非常に少なく、低炭素鋼に対する実験⁹⁾と我々が行ったステンレス鋼に対する実験⁷⁾が挙げられるのみであり、いずれも系統的な研究はなされていない。

本研究では、フェムト秒レーザーの各種パラメータを変化させた際のレーザーピーニング効果について調べた。試料としては一般建築物の骨格や橋梁などの大型構造物に適用されるS45C亜共析炭素鋼(以下S45Cと略す)を用いた。また、S45Cの組織を変化させるために熱処理を施し、レーザーピーニングに望ましい素材としての条件をも同時に調べた。その際、試料の塑性変形に起因した硬度変化をレーザーピーニング効果の指標とした。

2. フェムト秒レーザーピーニング

Fig. 1にレーザーピーニングの原理図を示す。水中の金属試料に対しパルスレーザーを集光照射すると、試料表面にアブレーションプラズマが発生する。発生したプラズマは、金属試料の周囲に存在する水の慣性により膨張が抑制されるため、数10 GPaにもおよぶ高い圧力状態となる^{10,11)}。この圧力により発生した衝撃波のエネルギーが試料の降伏限界を超えると塑性変形が生じ、試料表面に圧縮残留応力層の形成や加工硬化が生じる^{1,12)}。

レーザーピーニングによる塑性変形量は、次式に示すように、レーザーパルス幅とレーザー誘起圧力の積に比例する^{2,9)}。

$$L_p \propto \tau_p \cdot P \quad (1)$$

ここで、 L_p は塑性変形量、 τ_p はレーザーパルス幅、 P はレーザー誘起圧力である。尚、(1)式はナノ秒レーザー照射において成立するものであり、フェムト秒レーザー照射の場合には、レーザーパルス終了後にプラズマが発生するため、 τ_p ではなく衝撃波の継続時間に置き換えて考えるのが妥当である。レーザーピーニング効果は試料表面での力積の大きさで決定される。フェムト秒レーザーはパルス幅が短く、発生する衝撃波の継続時間もナノ秒レーザーに比べて極めて短い⁸⁾。しかしながら、先にも述べたようにフェムト秒レーザー駆動衝撃圧は極めて大きく⁸⁾、 τ_p の小ささを圧力 P の大きさに補うことが可能である。また、フェムト秒レーザーの金属照射においては、プラズマがレーザーパルス終了後に発生するため、レーザーとプラズマの相互作用がなく^{13,14)}、レーザーエネルギーは損失なしに試料表面に到達できると考えられる。発生する衝撃波は定常衝撃波であり、ナノ秒レーザー誘起衝撃波に比べて、金属内部への効果的な伝播を期待できる。

ところで、塑性変形による材料の硬化現象(加工硬化)は材料の結晶状態、転位密度や組織等に大きく依存する。したがって、レーザーピーニング効果の総合評価にはレーザーパラメータのみならず、材料の初期状態の把握が必要である。

Fig. 1 Principle of laser peening.

3. 実験方法

本実験では波長800 nmのフェムト秒レーザーを用いた。レーザー集光後のビームスポットは楕円形であり、大きさは $20 \times 40 \mu\text{m}$ であった。

S45C等、市販の金属材料は圧延加工等が施されており、内部にひずみが蓄積している。また、ブロックに切断した場合、切断面近傍に残留応力が発生する。そのため、レーザー照射前試料の初期状態を実験毎に統一することが困難となる。すべての金属試料の初期状態を等しくさせるため、試料をアニーリング(焼き鈍し)処理した。また、残留応力・ひずみを除去した金属は加工硬化が生じやすく、レーザーピーニング効果を見出しやすい。アニーリングには、加熱温度、保持時間がプログラム制御可能な真空電気炉を用いた。試料の大きさは $2 \text{ cm} \times 2 \text{ cm} \times 0.5 \text{ cm}^1$ とし、表面および側面をバフ研磨仕上げした。レーザーピーニング実験においては、試料表面に黒色ペイント等のレーザー吸収層をコーティングするが多いが、佐野他らが開発した手法^{1,6)}に従い、吸収層を設けなかった。

S45Cの残留応力は、約450 °Cから除去され始め600 °Cで完全に除去されるとの報告がある¹⁵⁾。これに従い、アニーリング温度を、200 °CからA1変態点(726 °C)以下の700 °Cまで100 °Cずつ変化させて、それぞれの温度において等温焼鈍を施し、レーザー照射用試料を作成した。なお、保持時間は1時間で、炉冷した。

実験配置図をFig. 2に示す。ミラー、レンズ、ウェッジ基板を用いて、水中に置かれた金属試料にレーザー光を集光照射できる光学配置となっている。図中のCCDカメラはレーザーの集光状態を観測している。PINダイオードはパワーメータで校正されており、照射エネルギーモニターとして利用されている。試料は水槽中に専用ホルダーで固定されており、水槽はコンピュータ制御可能な自動ステージに装着されている。

レーザーパラメータは以下のように設定した。パルス幅は230 fs一定とし、エネルギーフルエンスを $3 \sim 25 \text{ J/cm}^2$ 、カバレッジは100~500 %と変化させた。カバレッジ F_c は加工面積に対する加工痕面積の総和の比より求められるものであり、次式で示される。

$$F_c = \frac{\pi d^2 N}{4A} \times 100 \quad [\%] \quad (2)$$

ここに d はレーザーの照射スポット径、 N は試料に照射

Fig. 2 Experimental arrangement for femtosecond laser shock peening of metal.

したレーザーのパルス数, A は照射を受けた面積である。仮に, すき間も重ね合わせもなく全面を1回レーザー照射したとするとカバレッジは100%となる。レーザー光は試料エッジから入射され, 試料中央に向かって, 設定されたカバレッジで2次元照射される。照射面積(式(2)の A)は $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ とした。また, ピーニング処理を適当な時間内で終了させるため, レーザーの繰り返し周波数を100 Hzに設定した。

レーザーピーニングによる塑性変形に起因した加工硬化を調べるため, ビッカース硬度計を用いて金属表面および側面の硬度を測定した。試料の深さ方向硬度分布は, 試料側面の硬度測定により, 推定することにした。レーザーは試料エッジから照射されているため, 試料表面で生じた塑性変形の影響が側面にも現れる。

レーザー照射後試料には, 断面を見出す切り出し加工等, 一切の機械的加工を行わなかった。したがって, 硬度測定においては, レーザーピーニングによる加工硬化のみに着目可能となっている。レーザー照射試料の硬度からレーザー未照射試料の硬度を引いた値を硬度上昇量(ΔHV)と定め, アニール温度ごとの硬度上昇量の異なりを調べた。

4. 実験結果および考察

アニール後のS45C硬度測定結果をFig. 3に示す。同一試料の硬度を10回測定した際の平均値に対する標準偏差は3~6%であった。そのため, 本実験における硬度測定回数は各試料2カ所とし, その平均値を測定結果とした。硬さのピークは 300°C で現れるが, これは青熱脆性によるものである。アニール温度の上昇によって残留応力が除去される結果として, 硬度低下が生じていることが判る。レーザーピーニング実験においては, Fig. 3に示した各硬度を初期硬度とし, 各アニール温度におけるピーニングによる硬さ変化を評価した。

カバレッジ100%一定とし, エネルギーフルエンスを $3\sim 25\text{ J/cm}^2$ に変化させた時の試料深さ方向硬度分布をFig. 4に示す。図の横軸は試料表面からの深さ, 縦軸はビッカース硬度を示している。図中の破線はアニール温度 700°C における初期硬度を示している。すべての

Fig. 3 Hardness of S45C as a function of annealing temperature before laser irradiation.

Fig. 4 Vicker's microhardness as a function of the depth from surface for various energy fluences.

エネルギーフルエンスにおいてS45Cの硬度上昇が見られており, フェムト秒レーザー誘起衝撃波によって塑性変形が生じたものと考えられる。衝撃波の継続時間の短さを大きな駆動圧力が補った結果と考えられ, フェムト秒レーザーはレーザーピーニング用の光源としての能力を十分に持つと言える。Fig. 4は, エネルギーフルエンスが大きいほど材料深くまで硬化が進む特性を示している。衝撃圧力はレーザーエネルギーの関数であり, エネルギーの大きさが単純にピーニング効果に寄与したものと解釈している。

Fig. 5はアニール温度ごとの硬度上昇量(ΔHV)を, 種々のエネルギーフルエンスでの照射において測定した結果である。同じレーザーパラメータであるにもかかわらず, アニール温度ごとに硬度上昇量が異なっていることがわかる。青熱脆性が生じた 300°C 付近は硬度上昇が最も低い。青熱脆性は炭素が転位を固着して, 転位の運動抵抗を高めることが主因である。アニールにより転位密度を減らすことができず, 結果としてピーニングによる硬度上昇が少ないと考えられる。硬度上昇はアニール温度 600°C で高くなるが, 700°C では低下している。

次に, エネルギーフルエンスを 5.9 J/cm^2 一定とし, カバレッジを100~500%と変化させた時の深さ方向硬度分布をFig. 6に, アニール温度ごとの硬度上昇量をFig. 7に示す。Fig. 6中の破線はアニール温度 600°C

Fig. 5 Relation between hardness difference and annealing temperature for various energy fluences.

Fig. 6 Vicker's microhardness as a function of the depth from surface for various coverages.

Fig. 7 Relation between hardness difference and annealing temperature for various coverages.

における初期硬度を示している。Fig. 6より、カバレッジが大きいほど硬化していることがわかる。カバレッジは単位面積当たりのレーザー照射回数を示す指標であり、ピーニング効果向上のためには多数回のレーザー照射が有効であることがわかる。

Fig. 7は、Fig. 5と同様に、アニーリング温度ごとに硬度上昇量が異なる結果となっている。硬度上昇量は600°Cでピークをとり、700°Cでは小さくなる結果もFig. 5と同様である。したがってS45C炭素鋼の場合、600°Cでアニーリング処理すれば、多様なレーザーパラメータに対して最適なピーニング結果が得られる。

金属の初期状態によってピーニングの効果は異なることが示された。その理由は金属の結晶構造にあると考えられる。一般に、加工硬化によって大量の転位(ひずみ)が導入されて原子配列が乱れた状態の金属を加熱すると、点欠陥や転位などの格子欠陥が消滅してひずみが減少する。さらに長時間あるいは高温で加熱すると、ひずみのない新しい結晶粒が生成する再結晶現象が起こる。さらに、加熱を続けると結晶粒が成長して結晶粒組織が粗大化する。結晶粒が大きいほど金属は軟らかくなり、再び加工硬化能を回復する。すなわち、加工硬化した金属はアニーリングにより硬度が加工硬化前の状態に戻り、加工硬化が起こりやすくなる。S45Cの場合、アニーリング温度600°Cのときには再結晶組織となるた

め、硬度上昇量が大きくなったと考えられる。一方で、700°Cにおいて硬度上昇量が小さい原因は、パーライト組織の影響によるものと推測している。

炭素鋼をオーステナイト温度域(A1点以上A3点以下)で加熱してから徐冷すると、初析フェライトに続いてA1点において共析反応によりフェライトとセメンタイトが層状になって共存するパーライト組織が生成する¹⁵⁾。パーライト組織の存在は、転位の運動抵抗となる等、本研究で着目している加工硬化現象に影響を与える。Fig. 8にアニーリング温度700°CにおけるS45Cの表面組織を示す。試料を鏡面研磨し、ナイトル(3%硝酸, 97%エチルアルコール)を用いてエッチングした後の光学顕微鏡写真である。Fig. 8 (a)は低倍率での観測結果であり、20~30 μm程度の結晶粒組織であることが判る。Fig. 8 (b)は高倍率観測である。丸で囲んだ部分がパーライト組織であり、パーライト組織に特徴的な縞状が観て取れる。700°Cアニール材の組織、すなわち初析フェライトとパーライトの混合状態あるいはそれぞれの相の大きさなどが600°C以下のアニール材とは異なることが本研究で得られたピーニングによる硬度上昇挙動の違いの本質的な原因と考えている。その解明にはより詳細な組織解析が必要で、今後の課題として残る。初析フェライトとパーライトの量比は炭素の合金量に比例して変化するので、S30C, S50C等のほかの炭素鋼においての結果は異なったものになると思われる。

アニーリング温度を上げるに連れて試料の初期硬度は低下するが、軟らかいほど高いピーニング効果が得られるわけではなく、最適な熱処理の条件が存在する。S45Cの場合、600°C付近が最適であることが判明したが、他の金属材料についても同様の調査が必要であると考えている。

5. 結 論

本研究では、炭素鋼に対するフェムト秒レーザーピーニング効果を硬度測定により明らかにするとともに、レーザー照射条件や材料の初期状態との関係を調べた。得られた結果は以下の通りである。

- ・フェムト秒レーザーピーニング処理を行った炭素鋼のビッカース硬度は、レーザー未照射の試料に比べて向上する。したがって、フェムト秒レーザーはレーザーピーニング用の光源として十分な能力を持つ。

Fig. 8 Surface morphology of S45C annealed at 700 degree for (a) whole view and (b) expanded view.

- ・照射フルエンスおよびカバレッジが高いほど硬度上昇は大きく、より深くまで硬化する。
- ・S45Cにおいては、アニーリングを600 °Cで行った場合のピーニング効果が最も大きい。

参考文献

- 1) 佐野 雄二, 依田 正樹, 向井 成彦, 小畑 稔: レーザー研究 **26** (1998) 793.
- 2) R. Fabbro, P. Peyre, L. Berthe, and X. Scherpereel: J. Laser Applications **10** (1998) 265.
- 3) P. Peyre and R. Febbro: Opt. Quantum Electron. **27** (1995) 1213.
- 4) D. W. See, J. L. Dulaney, A. H. Clauer, R. D. Tena glia: Surface Eng. **18** (2002) 32.
- 5) ショットピーニング技術協会: ショットピーニングの方法と効果(日刊工業新聞社, 1997) p.1.
- 6) 佐野 雄二, 依田 正樹, 向井 成彦, 小畑 稔, 菅野 真紀, 嶋 誠之: 日本原子力学会誌 **42** (2000) 567.
- 7) H. Nakano, S. Miyauti, N. Butani, T. Shibayanagi, M. Tsukamoto, and N. Abe: J. Laser Micro/Nanoengi **4** (2009) 35.
- 8) T. Sano, H. Mori, E. Ohmura, and I. Miyamoto: Appl. Phys. lett. **83** (2003) 3498.
- 9) D. K. Lee and E. K. Ashibn Jr: *Proc. ICALEO* (2008) 125.
- 10) Y. Sano, N. Mukai, K. Okazaki, and M. Obata: Nucl. Instrum. B **121** (1997) 432.
- 11) R. Fabbro, J. Fournier, P. Ballard, D. Devaux, and J. Virmont: J. Appl. Phys. **68** (1990) 775.
- 12) 鷺坂 芳弘, 神谷 真好, 松田 稔, 太田 幸宏: 日本塑性加工学会誌 塑性と加工 **49** (2008) 1091.
- 13) 平尾 一之, 邱 建榮: フェムト秒テクノロジー基礎と応用((株)化学同人, 2006) p.5.
- 14) 電気学会編: レーザーアブレーションとその応用(コロナ社, 1999) p.60.
- 15) 矢島 鋭次郎, 市川 理衛, 古沢 浩一, 宮崎 亨, 小坂井 孝生, 西野 洋一: 若い技術者のための機械・金属材料 第2版(丸善株式会社, 2007) p.103.