科学研究費助成事業

平成 28年 5月30日現在

研究成果報告書

機関番号: 14401
研究種目: 基盤研究(C) (一般)
研究期間: 2013~2015
課題番号: 2 5 4 2 0 7 7 8
研究課題名(和文)レーザー衝撃法による高密度格子欠陥導入・高密度結晶構造残存の機構解明とその応用
研究課題名(英文)Elucidation of mechanism for formation of high density dislocations and quenching of high density crystalline structures using laser-driven shocks and its applications
研究代表者
佐野 智一(Sano, Tomokazu)
大阪大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授
研究者番号:3 0 3 1 4 3 7 1

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文):結晶構造の異なる5種類の材料に対してフェムト秒レーザを照射し照射後の金属組織変化お よび力学的特性変化を調べた結果、鉄、チタン、シリコンに関しては準安定構造が存在すること、また全ての材料に関 して高密度の格子欠陥が形成されていることと硬度が上昇することが明らかとなった。純鉄に対してフェムト秒レーザ の条件を変化させて照射し照射後の金属組織変化および力学的特性変化を調べた結果、フェムト秒レーザパルスのショ ット数が硬化深さおよび硬化率に影響を及ぼすことがわかった。応用研究項目であるプラズマ閉じ込め媒質を用いない 新しいレーザピーニング手法の開発に取り組み、材料の疲労特性を向上させられることがわかった。

研究成果の概要(英文):We investigated crystalline structures and mechanical properties of femtosecond laser-irradiated materials such as pure iron (bcc), pure titanium (hcp), pure silicon (diamond), aluminum (fcc), and nickel (fcc). Metastable structures, which did not exist in the initial state, were formed in pure iron, pure titanium, and pure silicon, which had polymorphs in higher temperatures or higher pressures. For all materials, high-density lattice defects were formed and hardness increased in the femtosecond laser-affected zone. We found number of pulses and pulse energy of the femtosecond laser influences the depth of the hardened zone and the increment of the hardness. We succeeded in improving fatigue properties of aluminum plates by shooting femtosecond laser pulses on the surface.

研究分野: レーザー加工

キーワード:フェムト秒レーザー 衝撃圧縮 レーザー衝撃法 準安定構造 格子欠陥 ピーニング 転位導入

1.研究開始当初の背景

高強度レーザーを物質に照射すると、アブ レーション時の反跳力によって物質表面に 衝撃波が駆動され、固体内を伝播する。この レーザ衝撃波を材料プロセスに適用した時 の特長は、数万気圧を超える瞬間的で高強度 な一軸応力と、10¹⁰/sを超える高ひずみ速度 変形である。このレーザ衝撃法を用いること によって、テーブルトップレーザで100 GPa 程度の超高強度衝撃波の発生が容易に可能 であり、従って物質に容易に塑性変形を生じ させることが可能である。

このように、レーザ衝撃法は高強度衝撃圧 力かつ高ひずみ速度変形という特長を有し ているだけでなく、従来の圧縮法では残存し ないいくつかの物質の高密度結晶構造がフ ェムト秒レーザ衝撃法によって残存するこ と、および従来法と比較して極めて高密度の 格子欠陥が導入されることが研究代表者ら によって世界に先駆けて示されていること から、ECAP, HPT, ARB といった従来塑性加 工法とは異なる機構に基づいた新しいプロ セスであると言える。ところがこれらの機構 は解明されておらず、またマクロな材料特性 向上には至っていない。

2.研究の目的

申請者らはこれまでに、新しい塑性加工プ ロセスとして"レーザ衝撃法"を提唱し、こ の手法を用いて固体内部に高密度の格子欠 陥を導入し、また高密度結晶構造を残存させ ることに成功している。ところがこれらの機 構は解明されておらず、またマクロな材料特 性向上には至っていない。そこで本研究では、 レーザパラメーターと物性値の観点からこ れらの現象を定量的に理解し、機構解明する ことによって、高密度格子欠陥導入過程と高 密度結晶構造残存過程を同時に記述するモ デルを構築することを目的とする。さらにこ のモデルを用いて、これらの現象によるマク 口な材料特性向上として高硬度化および圧 縮残留応力付与の最適条件を見出し、本手法 をプラズマ閉じ込め媒質を用いない新しい レーザピーニング手法として確立させる。

3.研究の方法

強度、パルス幅、エネルギーといったレー ザパラメーターと、熱拡散率、電子-フォノ ンカップリング係数、融点といった物性値の 観点から、高密度格子欠陥導入および高密度 結晶構造残存現象を定量的に理解し、機構解 明することによって、高密度格子欠陥導入過 程と高密度結晶構造残存過程を同時に記述 するモデルを構築する。さらにこのモデルを 用いて、マクロな材料特性向上として高硬度 化および圧縮残留応力付与の最適条件を見 出し、本手法を新しいレーザピーニング手法 として確立させる。具体的な研究項目は以下 の4点である。

A) 高密度格子欠陥導入および高密度結晶構

造残存現象の定量的理解

B) 高密度格子欠陥導入および高密度結晶構造残存現象の機構解明

C) 高密度格子欠陥導入および高密度結晶構 造残存過程のモデル構築

D) プラズマ閉じ込め媒質を用いない新しい レーザピーニング手法確立

4.研究成果

(1) 高密度格子欠陥導入および高密度結晶 構造残存現象を定量的に理解することとそ の機構解明を目的として、鉄(体心立方格子) チタン(細密六方格子)、シリコン(ダイヤ モンド構造)、アルミニウム(面心立法格子)、 ニッケル(面心立法格子)の5種類の材料に 対してフェムト秒レーザを照射し、照射後の 金属組織変化および力学的特性変化を調べ た。その結果、鉄、チタン、シリコンに関し ては準安定構造が存在すること、また全ての 材料に関して高密度の格子欠陥が形成され ていることと硬度が上昇すること、が明らか となった。さらに、鉄、チタン、アルミニウ ムに関しては、フェムト秒レーザを重ね合わ せて照射することによって、圧縮残留応力が 付与されることがわかった。

2) 高密度格子欠陥導入現象を定量的に理解 することとその機構解明を目的として、純鉄 に対してフェムト秒レーザの条件 (パルスエ ネルギー、ショット数)を変化させて照射し、 照射後の金属組織変化および力学的特性変 化を調べた。その結果、フェムト秒レーザパ ルスのショット数が硬化深さおよび硬化率 に影響を及ぼすことがわかった。また、表層 約 3 µm 以内の領域には高密度転位を有する マイクロバンドが存在し、その領域は硬化領 域に一致することがわかった。これらのこと から、表層硬化の要因は、フェムト秒レーザ 駆動衝撃波の繰り返し負荷に起因する高密 度な転位進展構造の形成であると考えられ る。さらに、衝撃波の繰り返し負荷に伴い局 所的に転位堆積部が形成され転位の易動度 に差異が生じ、これが転位堆積を助長するこ とによってマイクロバンドが形成されると 考えられる。

3) フェムト秒レーザ駆動衝撃波による材料 の圧縮過程における格子面間隔の挙動を高 輝度超短パルス×線プローブで計測した。そ の結果、フェムト秒レーザ駆動衝撃圧縮後に 形成される高密度の転位は、従来言われてい る増殖機構では無く、衝撃波頭背後での生成 機構に基づくことがわかった。

4) 応用研究項目であるプラズマ閉じ込め媒 質を用いない新しいレーザピーニング手法 の開発に取り組み、材料の疲労特性を向上さ せることに成功した。

5.主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者に は下線) [雑誌論文](計9件) 佐野智一,"フェムト秒レーザー駆動衝 撃圧縮下のその場 XFEL 回折計測." 放 射線化学会誌, Vol. 96, p. 23-28 (2013). (解説記事) http://www.radiation-chemistry.org/ kaishi/096pdf/96 23.pdf T. Matsuda, T. Sano, K. Arakawa, and A. Hirose, "Multiple-shocks induced nanocrystallization in iron." Applied Physics Letters 105, 021902 (2014). (査読有) DOI: 10.1063/1.4890389 T. Matsuda, <u>T. Sano</u>, <u>K. Arakawa</u>, and A. Hirose, "Dislocation structure produced by an ultrashort shock pulse." Journal of Applied Physics 116. 183506 (2014). (査読有) DOI: 10.1063/1.4901928 T. Matsuda, <u>T. Sano</u>, <u>K. Arakawa</u>, O. Sakata, H. Tajiri, and A. Hirose, "Femtosecond laser-driven shockinduced dislocation structures in iron," Applied Physics Express 7, 122704 (2014). (査読有) DOI: 10.7567/APEX.7.122704 松山法央,<u>佐野智一</u>,廣瀬明夫,"マイ クロ接合部強化のためのフェムト秒レ ーザピーニング技術の開発, "第20回エ レクトロニクスにおけるマイクロ接 合・実装技術シンポジウム (Mate2014) 論文集, 391-392 (2014). (査読有) 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). (解 説記事) 松田朋己,<u>佐野智一</u>,塚田貴大,<u>荒河</u> 一渡,廣瀬明夫,"フェムト秒レーザ駆 動衝撃波を繰り返し負荷した鉄中に形 成される高密度転位組織,"レーザ加工 学会誌, Vol. 22, No. 1, 46-51 (2015). (査読有) 岩田匠平,<u>佐野智一</u>,廣瀬明夫,"チタ ニウム合金 Ti-6Al-4V のフェムト秒レ ーザピーニング技術の開発,"第21回エ レクトロニクスにおけるマイクロ接 合・実装技術シンポジウム (Mate2015) 論文集, 445-446 (2015). (査読有) 佐野智一、"フェムト秒レーザピーニ グとその動的計測,"第83回レーザ加工 学会論文集, 167-170 (2015). (依頼原 稿) [学会発表](計 43 件)

<u>T. Sano</u>, T. Matsuda, R. Kashiwabara, N. Matsuyama, <u>K. Arakawa</u>, Y. Sano, and A. Hirose, "Femtosecond laser peening of iron and aluminum for microjoint," International Conference on Processing & Manufacturing of

Advanced Materials (THERMEC'2013), Rio Hotel, Las Vegas, NV, USA, Dec. 2-6, 2013.(招待講演) T. Sano and A. Hirose, "Femtosecond laser shock processing of solids and its dynamics," 13th International Ceramics Congress (CIMTEC), Montecatini Terme, Italy, June 8-13, 2014.(招待講演) 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) Τ. 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) T. Sano and A. Hirose, "Ultrafast Visualization of Structural Dynamics in Femtosecond Laser-Driven Shocked Iron Probed with XFEL," The International Symposium on Visualization in Joining & Welding Science through Advanced Measurements and Simulation (Visual-JW), Hotel Hankyu Expo Park, Osaka, Japan, Nov. 26-28, 2014.(招待講演) T. Sano, S. Iwasaki, S. Katsura, K. Yoshida, A. Nakayama, and A. Hirose, "Patterning of Indium Tin Oxide Microwires using Laser-induced Printing Method," Thermal 2nd International Conference on Nanojoining Microjoining, and Emmetten, Switzerland, Dec. 7-10, 2014.(招待講演) 佐野智一、"フェムト秒レーザー衝撃圧 縮された結晶格子のその場X線自由電子 レーザー回折計測,"レーザー学会学術 講演会第 35 回年次大会, 東海大学高輪 校舎, 平成 27 年 1 月 11-12 日. (依頼講 演) 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 Conference on Laser International

Related Phenomena,

University of Cincinnati, USA, May

peening and

10-15, 2015.(招待講演) 佐野智一、"フェムト秒レーザピーニン グとその動的計測,"第83回レーザ加工 学会講演会,大阪大学,平成27年6月 11, 12日.(依頼講演) 他 34 件 〔図書〕(計0件) 〔産業財産権〕 出願状況(計0件) 取得状況(計0件) [その他] 無し 6.研究組織 (1)研究代表者 佐野 智一 (SANO, Tomokazu) 大阪大学・大学院工学研究科・准教授 研究者番号: 30314371 (2)研究分担者 無し (3)連携研究者 荒河 一渡 (ARAKAWA, Kazuto) 島根大学・総合理工学研究科・准教授 研究者番号: 30294367 犬伏 雄一 (INUBUSHI, Yuichi) 理化学研究所・ビームライン開発チーム・ 特別研究員 研究者番号:40506250 細貝 知直 (HOSOKAI, Tomonao) 大阪大学・大学院工学研究科・特任准教授 研究者番号:80361533 (4)研究協力者 佐野 雄二 (SANO, Yuji) 松田 朋己 (MATSUDA, Tomoki) 柏原 亮太 (KASHIWABARA, Ryota) 松山 法央 (MATSUYAMA, Norihiro)