

令和 5 年 6 月 22 日現在

機関番号：56101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2022

課題番号：19K05087

研究課題名(和文) AE法を用いた炭素鋼へのレーザー焼入れ非破壊その場検査法の確立

研究課題名(英文) Nondestructive In-situ Inspection for Laser Quenching to Carbon Steel using AE Method

研究代表者

安田 武司 (Yasuda, Takeshi)

阿南工業高等専門学校・創造技術工学科・准教授

研究者番号：70610468

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 1,900,000円

研究成果の概要(和文)：クロムモリブデン鋼試料にレーザー焼入れ実験を施し、マルテンサイト変態に伴うアコースティックエミッション(AE)を検出した。焼入れ部(HAZ)の顕微鏡組織観察を実施し、HAZ内部のマルテンサイト組織生成を確認した。HAZ体積を測定・算出したところ、レーザー出力に伴って増加する関係が明確となった。なお、HAZにはレーザー焼入れによる十分な硬度上昇が確認され、マルテンサイト組織形成が改めて判断された。検出されたAE波のエネルギー相当値と先に算出したHAZ体積に高い相関関係が見られ、レーザー焼入れによるHAZおよびマルテンサイト組織の生成を、AEにより非破壊その場観察的に判断できる可能性を示すことができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究に近いものとして、YAGレーザーによる鋼への表面焼入れと焼入れ状態の評価にAEを適用した関連研究がある。ただし「焼入れ部分の硬さを非破壊的に検査する方法としてAEは有効」との結論であり、本研究が達成したレーザー焼入れの体積とAEとの関係性は示されていない。海外では過去にスポット溶接部のマルテンサイト組織生成についてAE観察を実施した研究(S.M.C.van Bohemen et al., J of Phys. D Applied Physics, Vol.34 (2001), pp.3312-3317)が発表されているが、本研究はレーザー焼入れに着目しており新規性を有する結果を残している。

研究成果の概要(英文)：Laser hardening experiments were conducted to chromium molybdenum steel specimen, and Acoustic Emission (AE) due to martensitic transformation were detected by AE sensor. Microstructural observation of the hardened part (HAZ) was conducted to confirm the formation of martensitic structure inside the HAZ. The volume of the HAZ was measured and calculated, and the relationship between the volume and the laser power was clear. The hardness of the HAZ increased as a result of laser quenching, therefore confirmed again the formation of martensitic microstructure. The high correlation between the detected AE wave energy and the calculated HAZ volume indicates the possibility of nondestructive in-situ observation of the formation of HAZ and martensitic structure by laser hardening using AE.

研究分野：非破壊検査, AE法, 機械材料

キーワード：レーザー焼入れ アコースティックエミッション AE マルテンサイト変態 非破壊検査 その場検査

### 1. 研究開始当初の背景

近年、レーザ技術の工業的応用が注目され、その実用は材料の除去加工、溶融接合、表面改質など多岐にわたる<sup>1)</sup>。表面改質には鋼へのレーザによる局部加熱と鋼自身の自己冷却による急冷から得るレーザ焼入れがある。指定の基準を満たすレーザ焼入れがなされているか調べるには破壊検査が必要となるが、破壊検査には多くの工程が必要となる。通常、焼入れ製品の破壊検査は、サンプリングされた製品を切断して検査対象部分の断面をとり、その断面に研磨とエッチングを施し、その後、顕微鏡等による断面観察から焼入れ後の熱影響部に生成しているマルテンサイト組織やその寸法などを確認、そして硬さ試験を実施し、焼入れの品質を保証するといった工程がとられる。そこで、この非破壊その場検査法としてアコースティック・エミッション (AE) が応用できないかと考えた。非破壊その場検査法であれば、検査にかかるコストを削減でき、製品のサンプリングと破壊の必要も無い。特に、レーザ焼入れが採用されるような製品は単価が高く、サンプリングによる破壊検査数をできるだけ減少させることができれば利益となる。

AE とは、固体材料に蓄積されたひずみエネルギーの解放に伴って材料内部に弾性波が放出される現象であり、主に超音波領域にて観察される。これは材料の破壊 (割れ、き裂の発生及び成長) または格子ひずみを伴った無拡散変態であるマルテンサイト変態等により発生すると知られており<sup>2)</sup>、AE の発生事象数や波形振幅値、エネルギー値 (波形の実効値) などのパラメータから AE 発生源を分析することができる。この手法は機械や構造物の健全性観察等にその有用性が認識されている。特に、コンクリート構造物や大型圧力容器の健全性その場監視には実用研究が専門書にも多く挙げられており、実用化が進んでいると言える<sup>3-5)</sup>。

鋼にレーザ焼入れを行った場合、材料内部ではマルテンサイト変態が生じ、それに起因する AE が発生する。では、加熱時のレーザ出力を変更することによってレーザ焼入れによる熱影響部の体積、すなわち生成するマルテンサイト組織の体積を変化させた場合、AE のどのような挙動に変化がみられるのか、という点について探求する発想に至った。この探求によって見解を得ることができれば、前述したレーザ焼入れ品質保証のための非破壊その場検査法の実現に向けた知見を得ることができる。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、鋼へのレーザ焼入れ非破壊その場検査法を AE の利用により確立することである。マルテンサイト変態によって AE が発生することは明らかであり、マルテンサイト変態という現象が AE として直接的に示されるため、非破壊その場検査法の基本技術としても AE の利用は最適と考える。これまで、YAG レーザによる鋼の表面焼入れと焼入れ状態の評価に AE を利用した研究が発表されている<sup>6, 7)</sup>。ただし、結論は「焼入れ部分の硬さを非破壊的に検査する方法として AE は有効である」とされており、レーザ焼入れ後に得られたマルテンサイト組織の体積や焼入れの深さなどと AE の挙動との関係性は示されていない。本研究では「生成するマルテンサイト組織の体積によって AE はどのような挙動を示すか?」といった点の探求を考えた。この文献 6、7 により示された「硬さに関する評価」に、本研究による「マルテンサイト組織の体積に関する評価」を付加することができれば、AE を用いた鋼のレーザ焼入れ非破壊その場検査法をより価値の高い技術として提案することができる。

### 3. 研究の方法

#### (1) 供試材料

良好な焼入れ性を有する SCM440 (JIS G 4053 機械構造用合金鋼鋼材) を 830 °C にて 1 h 保持後、焼ならしを施し供試材料とした。初期組織はフェライト・パーライトである。レーザ焼入れおよび AE 観察実験のために、縦 20 mm、横 20 mm、厚さ 12 mm の寸法に機械加工し試料とした。AE センサ取り付け面となる側面にはエメリ紙およびバフ研磨によって鏡面とし、AE センサが密着するよう対処した。

#### (2) レーザ焼入れおよび AE 観察実験

図 1 はレーザ焼入れおよび AE 観察実験の概要図である。ファイバーレーザを用いて試料に局所加熱を与え、加熱終了以降の試料自己冷却能力による急冷から焼入れを行った。実験は室温・大気中にて行い、レーザ照射加熱位置は、試料上面中心とした。ファイバーレーザは円形状、焦点外し距離を +34 mm として 3 秒間照射、その後即座に自動停止する設定とした。レーザ出力は 275 W を最大とし、275 W から 260 W までは 5 W 毎、260

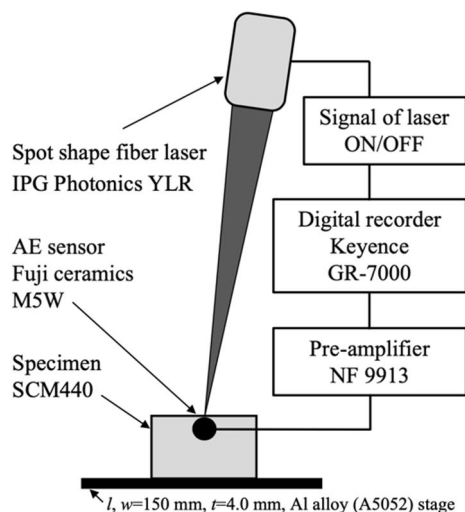


図 1. 実験概要図

W から 230 W までは 10 W 毎に減少させた。実験中に発生した AE は試料側面の  
 上端中央に取り付けた AE センサにより  
 検出した。AE センサ受信面に高真空  
 グリースを用いて試料に密着させ、押  
 し付けが一定となるようクリップ状  
 器具により確実に固定した。広帯域型  
 の AE センサにより検出された AE 波信  
 号はプリアンプによって増幅し、サン  
 プリング周波数 1 MHz にて高速デジタル  
 レコーダに記録、実験後 AE のデータ  
 をオフラインで処理した。なお、高速  
 デジタルレコーダの別チャンネルには  
 停止に伴う機器信号を同時に記録し  
 した。

### (3) 試料観察および硬さ試験

実験後、試料のレーザー焼入れ部縦断  
 面のコンフォーカル顕微鏡観察およ  
 び熱影響部 (HAZ) の走査型電子顕微鏡  
 (SEM) 観察を行った。試料縦断面はレ  
 ーザ焼入れ部が精密に半分となるよ  
 う切断・鏡面とし、エッチングを施し  
 て組織観察を行った。試料縦断面内  
 においてレーザー焼入れ部は弓形状に  
 現れるため、HAZ は球冠形状と考えら  
 れる。よって、顕微鏡の測定機能と球冠  
 体積算出式を用いて HAZ の推定体積を  
 求めた。組織観察の後、HAZ 中心およ  
 び HAZ より十分に離れた部分におい  
 て、マイクロピッカース硬さ試験を行  
 った。

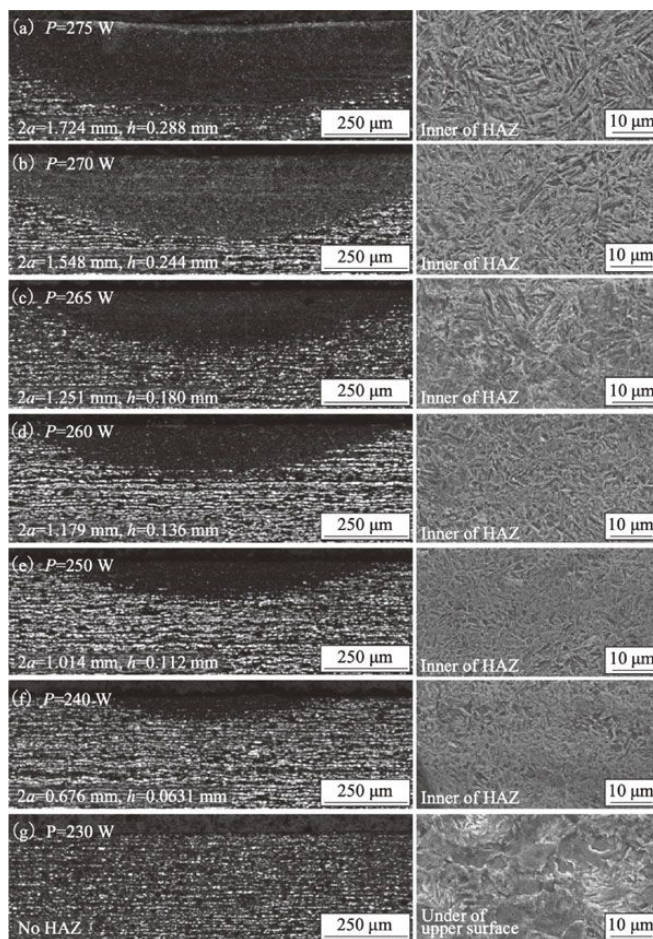


図 2 . コンフォーカル顕微鏡 (左)  
 および SEM (右) 観察結果

## 4 . 研究成果

### (1) レーザ焼入れ部断面の観察と HAZ の体積

図 2 は、試料縦断面のコンフォーカル顕微鏡観察および  
 HAZ 内部の SEM 観察の結果である。図 2 左側のとおり、出力  
 230 W を除いて試料縦断面内には弓形状に HAZ が現れた。そ  
 のため、HAZ は球冠形状と考えられる。また、レーザー出力が  
 高いほど、HAZ の最大幅およびその深さも大きくなっている  
 ことが確認できた。表 1 に HAZ が観察された出力 230 W 以  
 外の試料について、HAZ の推定体積をまとめた。レーザー出力  
 が大きいほど HAZ 体積は大きい。図 2 右側は HAZ 内部の SEM  
 観察結果である。240 W 以上のレーザー出力において針状のマ  
 ルテンサイト組織が確認された。また、レーザー出力 275 W ~  
 240 W の試料 HAZ 外の領域および 230 W の試料の試料縦断  
 面からは、フェライト・パーライト組織が確認された。

表 1 . HAZ の推定体積

Laser power <i>P</i> /W	Volume of HAZ, <i>V</i> /mm <sup>3</sup>
275	0.348
270	0.237
265	0.114
260	0.0753
250	0.0459
240	0.0115

### (2) レーザ焼入れ部断面のピッカース硬さ

各レーザー出力の試料の HAZ 中心および HAZ より十分に離れた部分にてマイクロピッカース硬  
 さ試験を行った。ただし、出力 230 W の試料は HAZ が確認されなかったため、レーザー加熱部最上  
 部での実施に置き換えた。HAZ 外の領域および 230 W の試料はフェライト・パーライトが観察さ  
 れており、ピッカース硬さは全て HV=200 MPa 程度であったため、改めて前述の組織であることを  
 確認できた。HAZ では各レーザー出力で HV=500 MPa 以上の硬度であり、JIS G 0559 : 鋼の炎焼  
 入及び高周波焼入硬化層深さ測定方法において指定されている有効硬化層の限界硬さ、炭素含  
 有率 0.33 %以上 0.43 %未満の場合で HV=400 MPa、あるいは炭素含有率 0.43 %以上 0.53 %未満  
 の場合で HV=450 MPa、を満たしている。よって、HAZ ではレーザー焼入れによるマルテンサイト組  
 織の生成ならびに表面硬化がなされたと認定できた。

### (3) レーザ焼入れ実験中に検出された AE 波

図 3 は各レーザー出力によるレーザー焼入れ時の AE 波形であり、レーザー照射加熱停止の瞬間であ  
 る t=0 s から、t=160 ms までを表している。HAZ におけるマルテンサイト組織生成や各レーザ  
 出力による体積の変化を考え合わせると、レーザー出力が大きいほど HAZ およびマルテンサイト



組織の体積が大きく、HAZ 内でのマルテンサイト変態が AE 発生源であるため、これに AE の発生やその振幅が対応していると考えられる。特に、徐々に振幅が増大し、そして徐々に減少する連続型 AE 波はこれとの対応が明確である。ただし、出力 275 W の場合から 240 W の場合まで順に、AE 波の発生したタイミングが早まっている。レーザー出力が大きいほど試料への入熱は大きく、その分、焼入れ過程において Ms 点への到達に時間を要するため、これが AE 発生タイミングの変化に現れたと考えられる。また、出力 275 W では  $t=40$  ms 程度まで、出力 270 W では  $t=20$  ms 程度まで、スパイク状の突発型 AE が目立って検出されている。出力 265 W 以下ではこれが顕著でない、あるいは明確に見られない。前述のレーザー出力およびマルテンサイト組織の体積に伴う振幅変化が明確であった AE とは別の発生源に対応する可能性が考えられる。レーザー照射加熱停止後、早期から発生している、また、レーザー出力条件のなかでも高出力のもので発生していることから、加熱部に発生した熱膨張が、レーザー照射停止後の冷却過程にて収縮に切り替わり、それによるエネルギー解放がこの突発型 AE 波の発生源となったと考えられる。これについてはより詳細な調査が必要であるが、例えばレーザー焼入れ工程中にマルテンサイト変態以外で意図せぬ現象が生じたことを知るための情報として活用できる可能性がある。この点をさらに調査するため、時間-周波数解析であるウェーブレット変換を行った。図 4 に出力 275 W のウェーブレット変換結果を示す。周波数に注目すると、突発型 AE 波は広帯域な周波数特性、連続型 AE 波は 100 kHz に強いピークを有する周波数特性を示しており、それぞれの AE 発生源が異なると判断できる。広帯域な周波数特性を有することは AE 発生源がインパルスに近い入力を供する現象であること、そして特定の周波数ピークを有することは AE 発生源がある程度安定し一定の入力を供する現象であることと考えると、レーザー照射停止後の冷却過程における収縮現象が突発型 AE 波の発生源、マルテンサイト変態が後に続く連続型 AE 波の発生源と考察できる。

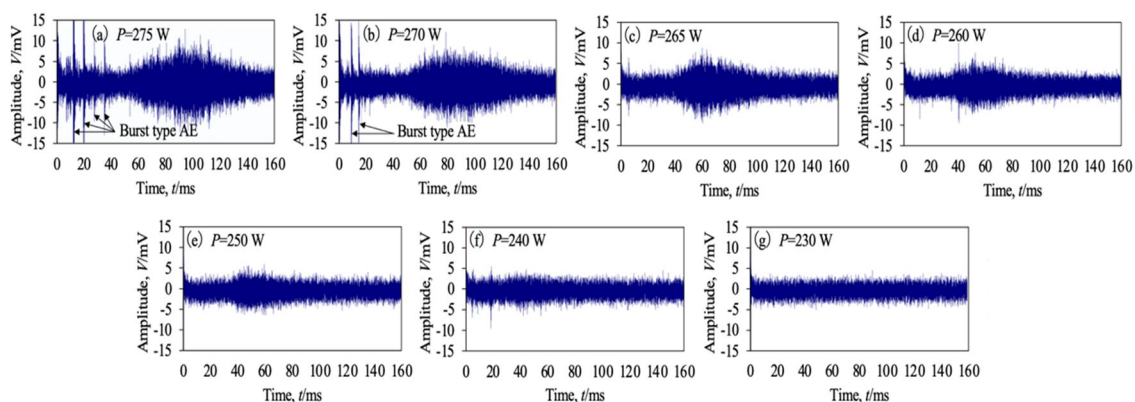


図 3 . 各レーザー出力によるレーザー焼入れ時の AE 波形

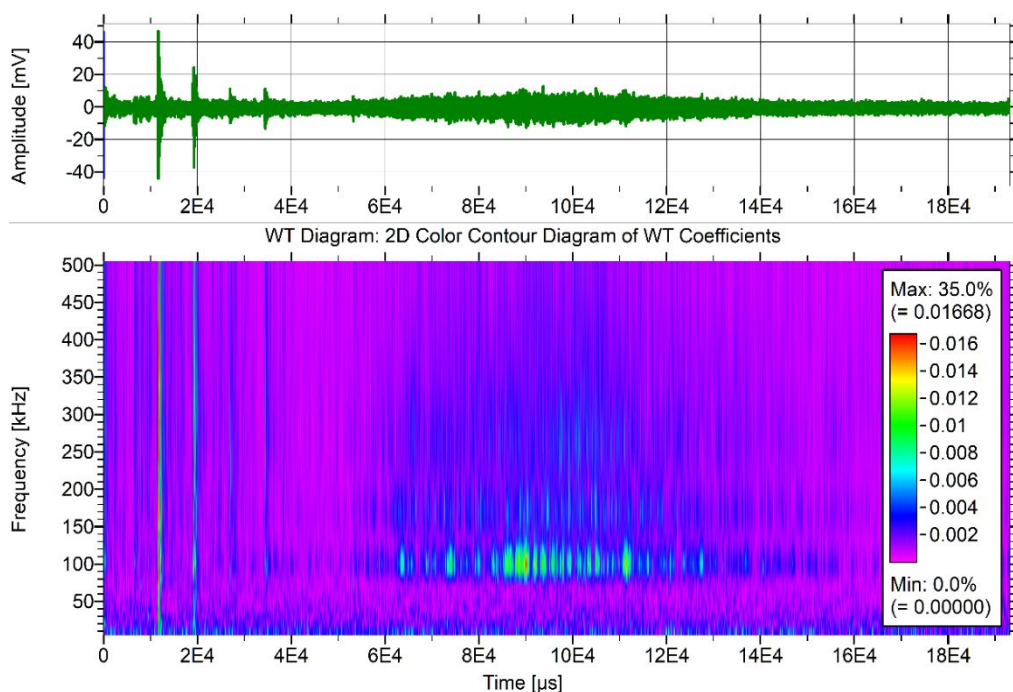


図 4 . 出力 275 W による AE 波のウェーブレット変換結果

#### (4) AE 実効値の算出と HAZ の体積との関係

マルテンサイト変態の開始から終了までを示す連続型 AE 波の持続時間を判定し、それぞれ判定した時間帯の AE 実効値 (RMS 値) を算出した。RMS 値は AE 発生源のエネルギーに相当するパラメータである。算出した RMS 値を HAZ、すなわちマルテンサイト組織の体積に対してまとめると図 5 に示すようになった。一点、異なるプロット ( ) があるが、これについては次節にて述べる。マルテンサイト組織の体積と AE の RMS 値が線形に近い関係となった。前述のとおり RMS 値は発生源のエネルギーを表すため、妥当な結果が得られたと言える。

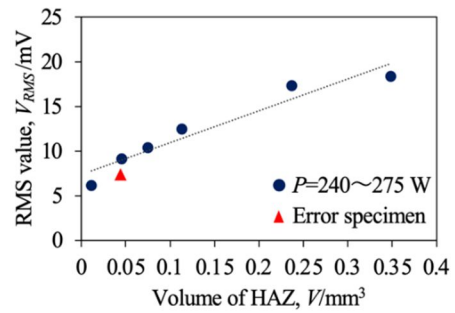


図 5 . マルテンサイト組織体積と RMS 値との関係

#### (5) 相当レーザー出力が不明となった試料の検討と

##### 本研究の目標達成

実験を進めるなかで、設定したレーザー出力に対して焼入れ結果が正常でないと思われる 1 件の事例が生じた。実験時はレーザー出力を 270 W と設定していたが、試料観察結果から出力 270 W の HAZ と比較して小さく、レーザー出力 250 W のものに近い HAZ であった。この事例の原因としては、レーザー本体の誤作動、レーザー制御系の誤作動、人為的な誤操作、あるいは試料上面の部分的な光沢により発生したレーザーの反射による加熱不足などが考えられ、相当レーザー出力が不明となった結果と言わざるを得ない。このように偶然得られた試料についても、図 6 のように試料縦断面内の HAZ 観察、および体積算出、そしてマイクロピッカース硬さ試験を実施した結果、針状のマルテンサイト組織生成が確認され、体積  $V=0.0440\text{ mm}^3$ 、ピッカース硬さ  $HV=577\text{ MPa}$  となった。体積の値で判断すると、これは本研究における実験条件において出力 250 W の結果に近い焼入れである。また、図 7 に観察された AE を示す。この RMS 値を算出すると、 $7.39\text{ mV}\cdot\text{ms}$  となり、AE の情報からも出力 250 W に最も近い焼入れであったと判定できた。図 5 には、この相当レーザー出力が不明となった試料の RMS 値プロット ( ) を含めている。

よって、このように何らかのエラーが含まれたレーザー焼入れ事例に対し、AE の観察からマルテンサイト組織の体積推定が可能であることが示されたと考えられる。つまり、これをレーザー焼入れ現場工程に適用すれば、本研究が設定した目標を達成することができる。

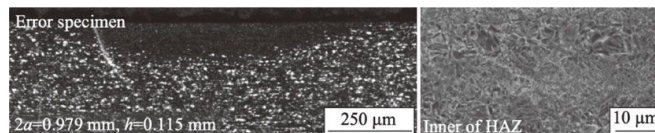


図 6 . 焼入れ結果が正常でない試料のコンフォーカル顕微鏡 (左) および SEM (右) 観察結果

#### (6) 当初予期していなかった新たな知見

HAZ 内の詳細な SEM 観察により、レーザー焼入れによるマルテンサイト組織に、マルテンサイト、焼戻しマルテンサイト、未溶解セメントライトを含むマルテンサイトなどさまざまな形態が見られることが分かった。これらの硬さをナノ硬さ試験によって調査すると、硬さにはある程度のばらつきがみられた。これにより、HAZ 内のピッカース硬さは測定領域内の各形態の組織のナノ硬さに深く関係しており、ピッカース硬さが同程度であっても、組織構成が異なる場合があることが分かった。この調査と知見に関しては文献 8 として発表している。

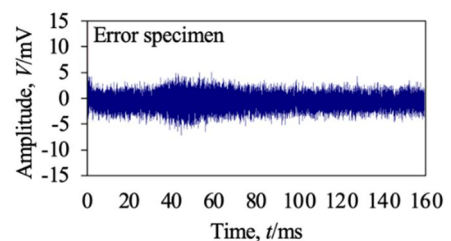


図 7 . 焼入れ結果が正常でない試料からみられた AE 波形

#### (参考文献)

- 1) 例えば、レーザー協会：“レーザー応用技術ハンドブック”，朝倉書店（1991）
- 2) 大津政康：“アコースティック・エミッションの特性と理論 構造物の診断と破壊現象解析”，森北出版（2005），pp.4-6
- 3) 笠井芳夫、田村博、富士岳、笠井哲郎：“コンクリート構造物の非破壊検査”，オーム社（1996），pp.73-77
- 4) 富士岳ほか：“非破壊試験入門”，社団法人日本非破壊検査協会（2002），p.35、p.41
- 5) Hartmut Vallen: Acoustic Emission Testing -Fundamentals, Equipment, Applications-, Castell Publication Inc (2006), pp.6-7
- 6) 宅間正則、新家昇、藤井啓司：M&M2010 材料力学カンファレンス CD-ROM 論文集、日本機械学会（2010），pp.421-423
- 7) 宅間正則、新家昇、高橋可昌、山下直人：第 18 回アコースティック・エミッション総合カンファレンス論文集、日本非破壊検査協会（2011），pp.19-22
- 8) 安田武司、正瑞来夢、西本浩司、奥本良博、大村孝仁：鉄と鋼、108 巻 7 号（2022），pp.405-416

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 安田武司, 魁生誠, 西本浩司, 奥本良博	4. 巻 84
2. 論文標題 アコースティック・エミッションを用いた炭素鋼レーザ焼入れの観察	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 日本金属学会誌	6. 最初と最後の頁 335 ~ 343
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/jinstmet.j2020024	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 安田武司, 正瑞来夢, 西本浩司, 奥本良博, 大村孝仁	4. 巻 108
2. 論文標題 炭素鋼におけるスポット状レーザ焼入れ部の組織とナノ硬さの関係	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 鉄と鋼	6. 最初と最後の頁 405 ~ 416
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2021-090	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Takeshi Yasuda, Makoto Kaisho, Koji Nishimoto and Yoshihiro Okumoto	4. 巻 64
2. 論文標題 Monitoring of Laser Quenching of the Carbon Steel by Acoustic Emission	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 604 ~ 612
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.MT-M2022148	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 0件/うち国際学会 2件）

1. 発表者名 Shinnosuke Yanagawa, Koji Nishimoto, Yoshihiro Okumoto and Takeshi Yasuda
2. 発表標題 Laser Quenching of Carbon Steel and Observation
3. 学会等名 The 4th NIT-NUU Bilateral Academic Conference National Institute of Technology and National United University (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Yoshiki Izumi, Koji Nishimoto, Yoshihiro Okumoto and Takeshi Yasuda
2. 発表標題 AE Monitoring and Analysis of Laser Quenching
3. 学会等名 The 4th NIT-NUU Bilateral Academic Conference National Institute of Technology and National United University (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 安田武司, 泉良樹, 山田耕太郎, 奥本良博, 西本浩司
2. 発表標題 レーザー焼入れ中に観察されたAEとその波形解析
3. 学会等名 第23回アコースティック・エミッション総合コンファレンス
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 柳川真之裕, 金森海, 奥本良博, 西本浩司, 安田武司
2. 発表標題 予熱した炭素鋼に対するレーザー焼入れ
3. 学会等名 第27回溶接学会四国支部講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 安田武司, 西本浩司, 奥本良博
2. 発表標題 AEによるレーザー焼入れのモニタリング
3. 学会等名 第22回アコースティック・エミッション総合コンファレンス
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 高井龍馬, 安田武司, 西本浩司, 奥本良博
2. 発表標題 非接触AE法を用いたレーザ焼入れ中のマルテンサイト変態観察
3. 学会等名 第25回溶接学会四国支部講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------