

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年6月19日現在

機関番号：83401

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560759

研究課題名（和文）レーザー衝撃パルスによる高密度格子欠陥の新導入プロセスと高度制御

研究課題名（英文）New and controllable method for creating high density lattice defects using laser shock pulse

研究代表者

小林 紘二郎（KOBAYASHI KOJIRO）

財団法人若狭湾エネルギー研究センター・所長

研究者番号：70026277

研究成果の概要（和文）：本研究の目的は、新しい塑性加工プロセスとして“レーザー衝撃法”を提唱し、この手法を用いてこれまで容易に成し得なかった塑性加工を行い、かつ微細組織形成過程を定量的に解明することである。大気中でフェムト秒レーザーを照射した純アルミニウム断面の結晶方位変化を電子線後方散乱回折法によって調べたところ、照射部近傍の結晶方位が変化していることがわかった。透過電子顕微鏡で照射部近傍の組織を観察したところ、高密度な転位の集合体が確認された。フェムト秒レーザー駆動衝撃圧力負荷による高密度転位の導入は、高ひずみ速度塑性変形、ならびに急冷効果により達成されると考えられる。

研究成果の概要（英文）：The purpose of this study is to establish the laser shock processing method as a new technique for the plastic deformation process. We found that the femtosecond laser-driven shock compression forms high density of dislocations in solid materials. We suggest that the high density of dislocations is created due to the high-strain-rate plastic deformation and rapidly quenching induced by the femtosecond laser-driven shock wave.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2010年度	1,200,000	360,000	1,560,000
2011年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：レーザー衝撃、塑性加工、衝撃塑性、アルミニウム材料

## 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。このレーザー衝撃波を材料プロセスに適用した時の特長は以下の2点である。

- (1) 瞬間的で高強度な一軸応力（＜数TPa）
- (2) 高ひずみ速度（ $\sim 10^{11}/s$ ）

レーザー衝撃波の圧力は、テーブルトップレーザーで100 GPa程度、大規模施設のレーザーで数TPaの超高強度衝撃波の発生が容易に可能である。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。また、鉄に200 GPa程度の衝撃圧力を加えた場合のひずみ速度は、 $10^{11}/s$ のオーダーであることが、我々の計算によって示されている。

このレーザー衝撃プロセスを工業用材料に適用することによって、材料強度や疲労耐性を向上することが可能である。またこのレーザー衝撃波によって、従来法では困難なCuやAlの変形双晶形成が可能である。このようにレーザー衝撃プロセスによって高密度格子欠陥の導入が容易に可能であるが、レーザー衝撃プロセスによる微細組織形成過程は定量的に調べられておらず、理解されていない。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、新しい塑性加工プロセスとして“レーザー衝撃法”を提唱し、この手法を用いてこれまで容易に成し得なかった塑性加工を行い、かつ微細組織形成過程を定量的に解明することである。

## 3. 研究の方法

理論・実験の両面から研究を遂行した。具体的には、微細組織形成過程のモデル構築に特化した理論担当と、そのために必要な実験データを提供する実験担当に分かれた。1年目は、実験担当が大量の実験データを理論担当に提供することによってモデル構築を試みた。2年目以降は、モデル構築が完成に近くなったところで、実験担当は材料の高機能化に特化した実験も行った。具体的には、高耐食性および高硬度、かつ高靱性を兼ね備えた構造材料の開発を目指した。

役割は以下に示す通り、理論担当と実験担当とに大別し、本研究を遂行した。

- ・小林紘二郎：理論担当（微細組織形成過程のモデル構築、理論計算）
- ・佐野 智一：実験担当（レーザー衝撃実験、試料解析）

## 4. 研究成果

空气中でアルミニウムにフェムト秒レーザーを照射し、XRD法、微小押し込み硬さ試験によって、照射部近傍の格子面間隔および硬度を測定した。ターゲット材料として、鏡面研磨した純アルミニウム（純度 99.999%）を用いた。空气中で、波長 800 nm、パルス幅 130 fs のフェムト秒レーザーパルスを焦点距離 70 mm の平凸レンズで試料表面に集光し、XRD測定用試料に対して、パルスエネルギー 2.7 mJ、照射径 80  $\mu\text{m}$ 、照射間隔 80  $\mu\text{m}$ 、硬さ試験用試料に対して、パルスエネルギー 0.7 mJ、照射径 70  $\mu\text{m}$ 、照射間隔 1.75  $\mu\text{m}$  の条件で照射した。照射部表層に対して、ディフラクトメータ法と斜入射法によるXRD測定を行い、照射部近傍の断面に対して、ナノインデンテーション法による微小押し込み硬

さ試験を行った。硬さ試験の結果、照射部から約 15  $\mu\text{m}$  まで硬化しており、最高硬度は母材の硬度の約 8.7 倍であることがわかった。また、XRD測定の結果、ディフラクトメータ法、斜入射法の両方で、レーザー未照射のものよりピークが高角側にあらわれた。硬化の原因として、加工硬化や結晶粒微細化が考えられる。

純鉄表層のレーザー衝撃誘起加工硬化を試みた。レーザー照射部近傍断面における微小押し込み硬さ試験結果から、大気中でフェムト秒レーザーを照射することで純鉄表層が硬化することが確認された。照射パルスエネルギーを増加させることで、最高硬さおよび硬化深さが増大する傾向を示した。さらに、レーザー強度一定の下、照射パルス数を増加させることでも、最高硬さ及び硬化深さが増大する傾向が見られた。次に、硬化の原因を検証するため、レーザー照射表面に対するX線回折を行った。X線回折の結果、レーザー照射後の純鉄表層における不均一格子歪みの導入が確認された。以上のことから、硬化の原因はフェムト秒レーザー照射時に誘起される衝撃波によって純鉄表層が塑性変形を受け、格子欠陥が増大したことによるものであると考えられる。

フェムト秒レーザー駆動衝撃波が純アルミニウム試料表層から数百  $\mu\text{m}$  までの領域の結晶に及ぼす影響を調べた。大気中でフェムト秒レーザーを照射した純アルミニウムを、フッ酸により腐食し、光学顕微鏡で結晶粒径を測定したところ、変化は見られなかった。電子線後方散乱回折法によって照射部近傍の結晶方位変化を調べたところ、深さ 20  $\mu\text{m}$  から 30  $\mu\text{m}$  の領域の結晶方位が変化していることがわかった。透過電子顕微鏡で照射部近傍の組織を観察したところ、高密度な転位の集合体が確認された。電子線マイクロアナライザ法を用いて酸素の元素分析を行ったところ酸素は検出されなかったため、硬化に寄与するのは酸化物ではなく、加工硬化であることが示された。フェムト秒レーザー駆動衝撃圧力負荷による高密度転位の導入は、高ひずみ速度塑性変形、ならびに急冷効果により達成されると考えられる。

研究分担者らの導出した衝撃圧縮下での鉄の熱物性値に関する理論 [Ref. Sano et al., Phys. Rev. B 69, 144201 (2004).] を基に、衝撃圧縮下での各種金属の熱物性値を予測する新しい理論を作った。そして、各種金属の熱物性値を予測し、研究分担者らが導出した衝撃波頭内部状態方程式 [Refs. Sano et al., J. Appl. Phys. 90, 3754-3761 (2001), J. Appl. Phys. 90, 5576-5584 (2001).] を用いて衝撃波頭内部の温度分布を圧力の関数として見積もった。この計算結果と実験結果を照らし合わせ、微細組織形成機構のモデ

ルを構築した。

フェムト秒レーザー照射前後の格子欠陥状態の詳細な観察とモデル構築に成功したため、今後は格子欠陥導入プロセスのその場計測を試みる。具体的には、パルス幅が数10 fsのX線パルスであるX線自由電子レーザー、および電子パルスであるパルス電子源を用いて、フェムト秒レーザーポンプ・X線パルス or 電子パルスプローブ実験を行う。X線自由電子レーザーを用いる研究は、文部科学省「X線自由電子レーザー重点戦略研究課題についての委託事業」（研究代表者：大阪大学・光科学センター 田中和夫、課題名：XFELとパワーレーザーによる新極限物質材料の探索、期間：H24～H29）に、また電子パルスを用いる研究は独立行政法人科学技術振興機構 戦略的創造研究推進事業（JST, CREST）（研究代表者：大阪大学・光科学センター 細貝知直、研究領域：先端光源を駆使した光科学・光技術の融合展開、課題名：光制御極短シングル電子パルスによる原子スケール動的イメージング、期間：H21～H26）に採択されており、研究内容の質の高さは認められている。

#### 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 6 件）

- ① M. Tsujino, T. Sano, T. Ogura, M. Okoshi, N. Inoue, N. Ozaki, R. Kodama, K. F. Kobayashi, and A. Hirose, "Formation of High-Density Dislocations and Hardening in Femtosecond-Laser-Shocked Silicon," *Appl. Phys. Express* 5, 022703-1-3 (2012). [DOI: 10.1143/APEX.5.022703] (査読有)
- ② 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," *J. Appl. Phys.* 110, 126103 (2011). [doi:10.1063/1.3673591] (査読有)
- ③ T. Sano, K. Takahashi, O. Sakata, M. Okoshi, N. Inoue, K. F. Kobayashi, and A. Hirose, "Femtosecond laser-driven shock synthesis of hexagonal diamond from highly oriented pyrolytic graphite," *Journal of Physics: Conference Series*, 165, 012019-1-4 (2009). [doi:10.1088/1742-6596/165/1/012019]

〕（査読有）

他査読有論文 3 件

〔学会発表〕（計 34 件）

- ① T. Sano, T. Tsukada, Y. Isshiki, T. Ogura, M. Okoshi, N. Inoue, K. F. Kobayashi, and A. Hirose, "Potentiality of femtosecond laser as a new tool for laser shock peening process," *Materials Science & Technology 2011 Conference & Exhibition (MS&T'11)*, Columbus, Ohio, USA, Oct. 16-20, 2011.
- ② T. Sano and A. Hirose, "Femtosecond Laser-driven Shock Quenching of High-Pressure Phases of Condensed Matters," *International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC'2011)*, Quebec, Canada, Aug. 1-5, 2011. (招待講演)
- ③ T. Sano, S. Iwasaki, Y. Ozeki, K. Itoh, and A. Hirose, "Femtosecond laser direct joining of copper with polyethylene terephthalate," *Materials Science & Technology 2010 Conference and Exhibition (MS&T'10)*, Houston, Texas, USA, Oct. 17-21, 2010. (招待講演)
- ④ T. Sano, T. Nakashima, T. Tsukada, Y. Isshiki, T. Ogura, M. Okoshi, N. Inoue, K. F. Kobayashi, and A. Hirose, "A new laser peening process - Potentiality of femtosecond laser -," *The 2nd International Conference on Laser Peening*, April 18-21, 2010, San Francisco, USA.
- ⑤ T. Sano, "Femtosecond laser-driven shock quenching of high-pressure phases of materials," *Pacific International Conference on Applications of Lasers & Optics (PICALO)*, March 25, 2010, Wuhan, China. (招待講演)
- ⑥ T. Sano and A. Hirose, "Synthesis of high-pressure phases of condensed matter using femtosecond laser-driven shock wave," *The 5th International Congress on Laser Advanced Materials Processing (LAMP) 2009*, 2009年7月1日, 神戸コンベンションセンター. (招待講演)

他 28 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〕  
特に無し

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

小林 紘二郎 (KOBAYASHI KOJIRO)  
財団法人若狭湾エネルギー研究センター・所長  
研究者番号：70026277

### (2) 研究分担者

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

### (3) 連携研究者

無し