

レーザー誘起ナノ粒子衝突試験法の開発と極薄圧延鋼板の疲労強度改善

中央大学 理工学部 精密機械工学科 教授 米津 明生

1. 研究背景

材料表面を局所的に塑性変形させて高強度化する技術は古くからあり、例えば、ショットピーニング (SP) では、サブミリから数十マイクロメートル粒子を高速で衝突させることで材料表面に塑性ひずみを与え、圧縮残留応力や加工硬化による表面加工 (表面改質) が行われる。SP の粒子衝突速度は $100\sim 300\text{ m/s}$ 程であり、材料内部の実効ひずみ速度は $10^3\sim 10^4\text{ 1/s}$ 程度である。材料の塑性変形の端緒となる転位運動はひずみ速度に依存し、一般に高変形速度域になるほど加工硬化しやすく、材料強靱化のための表面改質として有効である。しかし、従来の SP では衝突速度に限界があるうえ、制御不能な多量の粒子衝突によって表面損傷やエロージョンを誘発する場合もある。さらなる高速度化にはレーザーピーニング (LP) が有名であるが、材料表面の局所発熱、凹凸や損傷なども同時に発生すること、また本研究で対象とする圧延鋼板のような薄板や箔材料では材料自身が反ってしまうため、極薄鋼板の表面改質は難しい。

2. 研究目的

以上の研究背景により、薄板鋼板や箔材料については極表層のみに安定的な改質層を導入できる技術が必要である。そこで、本研究では局所的にレーザーアブレーションを誘起することでマイクロ・ナノスケールの微粒子を高速で射出させ、対象材料の表面改質する技術の開発を目的とする。これをレーザー誘起粒子衝突試験 (Laser-induced Particle Impact Test: LIPIT) と呼ぶ[1][2]。目標とする衝突速度は $1,000\text{ m/s}$ 以上と従来の表面改質技術よりも高速度である。一方、大きな粒子では $1,000\text{ m/s}$ 以上の高速衝突はガス銃によって実現できるが、高い衝撃力によって表面破壊を引き起こしてしまう。つまり、本課題は今までに比べて微小かつ高速な粒子衝突によって、極表面で大きな局所応力とその速度勾配を誘発できることから、粒子衝突時には 10^6 1/s 以上の超高ひずみ速度に達する。したがって、本技術は極小・極短という特異な時空間の力学現象を利用することで、極表層に限定して高強度化・高靱化を実現できる超精密な表面改質技術になりうると考えた。本報告では、レーザー誘起粒子衝突試験 (LIPIT) を開発し、厚さ $100\text{ }\mu\text{m}$ の純鉄薄板へ適用して、その疲労強度改善の可能性を検討した。

3. レーザー誘起粒子衝突試験 (LIPIT) の開発

LIPIT はレーザー照射径程度の粒子衝突による表面処理が可能であるため、レーザーのワンショットでは大面積の表面処理は不向きである。そこで、本研究では広範囲への処理を可能にする連続射出型 LIPIT を開発した。その全体構成を Fig.1 に示す。従来の LIPIT

装置との主な違いは、以下の 2 点である。一つ目は、発射台を搬送するためのベルトコンベアの導入である。パルスレーザーが照射されると、レーザーアブレーションにより発射台が損傷を受ける。また、粒子はアブレーションが生じた部分からのみ射出されるため、同じ位置に再度パルスレーザーを照射しても、十分な数の粒子衝突を得ることができない。このため、レーザー照射と粒子射出を繰り返すには、レーザー照射のたびにベルトコンベアが発射台を一定距離だけ移動させる必要がある。二つ目の違いは、パルスレーザーの照射タイミングが、ベルトコンベア上の発射台の移動およびターゲット材の位置と連動している点である。各構成要素は、マイコン (FT232H, Adafruit Industries LLC.) に接続されており、開発したプログラムによって統合的に制御されている。

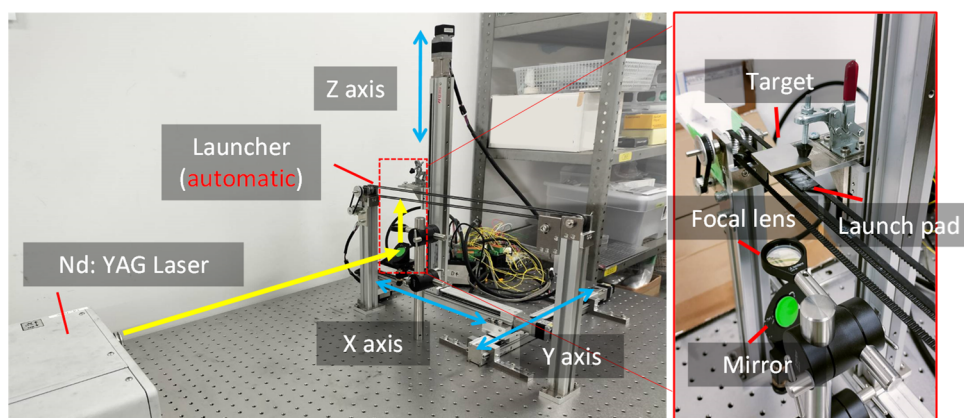


Fig.1 Developed LIPIT with automatic continuous laser irradiation

4. 実験方法

4・1 供試材及び表面処理

供試材には、厚さ 100 μm の工業用純鉄板（純度 99.5%，（株）ニラコ製）を使用した。形状は、NC 工作機械を用いて切り出したものであり、寸法については各試験項目にて後述する。疲労に影響を及ぼす表面の端は、#600 のエメリー紙を用いて機械的に研磨し、表面を平滑化した。さらに、転位の除去および結晶粒の粗大化を目的として、試験片には 900℃で 2 時間の真空熱処理を施した。この熱処理後の試験片を「未処理試験片」と定義し、その表面に 3 節で開発した LIPIT 装置を用いて直径 15 μm のジルコニア (15ZrO_2) 粒子による表面処理を実施した。LIPIT における 15ZrO_2 粒子の衝突速度は 900 m/s である。LIPIT 処理後、試験片表面にはデブリが付着するため、まずアセトンと綿棒で表面を軽く洗浄し、その後さらにアセトン中で 10 分間の超音波洗浄を行った。この LIPIT 処理は両面に実施しており、その後に試験片の反りやたわみが発生していないかを確認したあとに、以下のような材料試験を実施した。

4・2 引張試験

試験片の形状および寸法を Fig.2 (a)に示す. 未処理試験片を Fig.2 (b)に, LIPIT 処理後の試験片を Fig.2 (c)に示す. LIPIT 処理は, 試験片の平滑部に対して長手方向に 1 mm 間隔でショットを配置し, 合計 8 回実施した. なお, 写真のとおり本試験片は LIPIT 処理を施しても, 大きな湾曲などは確認されておらず, 加工前と同様の平面度を保っていた. 次に単軸引張試験は, 万能試験機 (AG-I, (株) 島津製作所製) を用いて実施した. 荷重は試験機に取り付けたロードセルにより測定し, 変位は非接触カメラ式の伸び計を用いて取得した. 変位速度は室温 (約 20℃) 下で 1 mm/min に設定した.

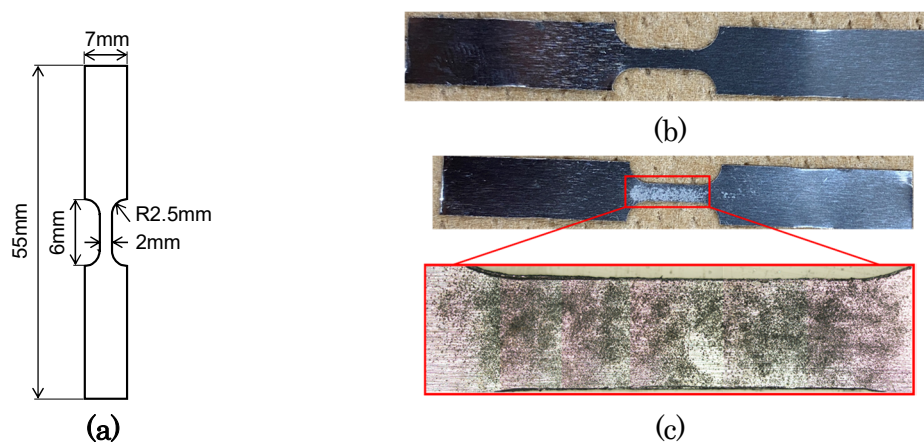


Fig.2 (a) Shape and dimension of tensile test specimens,
(b) Untreated specimen, (c) LIPIT-treated specimen

4・3 引張疲労試験

引張疲労試験における試験片の形状および寸法は, 引張試験 (4.2 項) と同一とした. この試験には, 未処理試験片および LIPIT 処理を施した試験片をそれぞれ用意した. 引張疲労試験は, マイクロサーボ型疲労試験機 (MMT-250 N, (株) 島津製作所製) を用いて実施した. 制御方法は荷重制御とし, 荷重印加波形には正弦波を採用した. 試験条件は, 応力比 $R=0.1$, 繰り返し周波数 5 Hz, 最大荷重は 40~60 N とした.

4・4 曲げ疲労試験

曲げ疲労試験は, ギガサイクル曲げ疲労試験装置 (MGCD-001, モリテックスチール (株) 製) を用いて実施した. 本装置は, 片持ち梁構造の試験片に対してパルス状の空気を周期的に印加し, 振動させることで曲げ応力を与え, 曲げ疲労試験を実施する装置である (Fig.3 (a)). 本装置には動作条件に一定の制約があるが, 第一の曲げモード (共振モード) は, 空気圧の印加周波数と試験片の固有振動数を一致させて共振状態を生じさせることにより実現される. 本研究における試験条件は, 最大応力 (すなわち試験片表面の応力) を 273 MPa, 応力比を $R=-1$, 振動周波数を 33~49 Hz, 試験波形を台形波とした. また, 使用した治

具の曲げ半径は 35 mm であり, 純鉄のヤング率は引張試験の結果から 191.7 GPa とした. Fig.3 (b)に, 曲げ疲労試験片の形状および寸法, ならびに LIPIT 処理部の位置を示す.

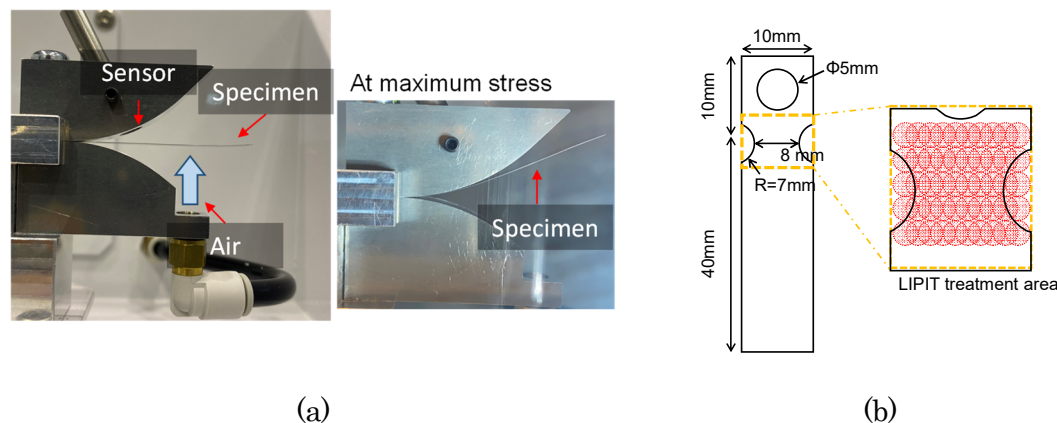


Fig.3 (a) Bending fatigue test machine, (b) Shape and dimension of bending fatigue test specimens (The red circle indicates a single shot of LIPIT)

4・5 観察方法

試料表面の観察には, 走査型電子顕微鏡 (SEM, JSM-6400, 日本電子 (株) 製) を用いた. また, 曲げ疲労試験では疲労試験を適宜中断して, 疲労き裂の発生および進展挙動を実体顕微鏡 (STZ-40TBITaN, (株) 島津製作所製) を用いて観察した.

5. 結果と考察

5・1 引張試験

Fig.4 (a)に, 一軸引張試験により得られた未処理試験片および LIPIT 処理試験片の応力-ひずみ曲線の代表例を示す. ヤング率は, 未処理および LIPIT 処理のいずれにおいても約 191.7 GPa であり, 両者に大きな差は見られなかった. 未処理試験片では, 明瞭な上降伏点および下降伏点を確認され, 不連続的な降伏挙動を示した. 一方, LIPIT 処理試験片では, 上下降伏点は観察されず, 連続降伏挙動を示した. また, LIPIT 処理試験片の引張強さは未処理試験片に比べて高く, これは粒子衝突による表面硬化の影響と考えられる. 破断伸びは, LIPIT 処理試験片の方が未処理試験片よりも小さかった. これも, 粒子衝突による表面硬化の影響と推察される. Fig.4 (b)に, 引張試験中の試験片の変形過程を示す. 未処理試験片では, 上降伏点においてスリップライン (リュウダースバンド) が発生した. また, 破断面にはせん断バンドに伴うせん断破壊形態が観察された. 対照的に, LIPIT 処理試験片ではカップ・アンド・コーン型破壊が観察され, 破壊様式が変化することが分かった. したがって, LIPIT 処理は試験片の破壊形態を変化させ, 脆化を引き起こしたことが示唆される.

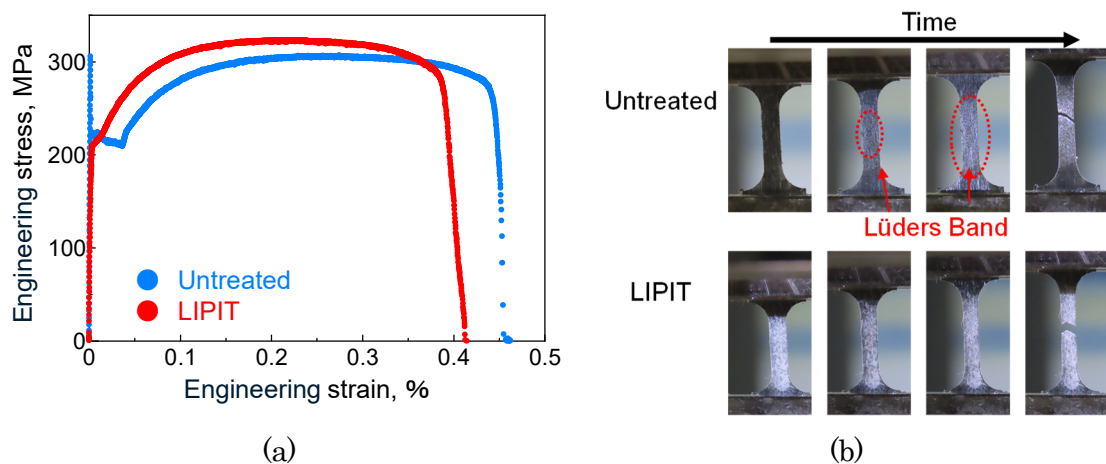


Fig.4 Results of tensile tests (a) Stress-strain curves,
(b) Snapshots of deformation behavior during tensile testing

5・2 引張疲労試験

Fig.5 (a)に、一軸引張疲労試験により得られた無処理試験片および LIPIT 処理試験片の応力-サイクル数 ($S-N$) 曲線を示す。Fig.5 (b)には、最大応力 300 MPa における疲労試験中の最大変位の推移を示した。ここで、未処理試験片を青色プロット、LIPIT 処理試験片を赤色プロットで示している。未処理試験片と LIPIT 処理試験片を比較すると、LIPIT 処理により疲労寿命が約 5 倍に延長されたことが確認された。また、LIPIT 処理試験片では変位の増加が緩やかであり、材料の変形が抑制されていることが示唆された。この疲労寿命の延長は、LIPIT 処理により巨視的な塑性変形が抑制されたことに起因すると考えられる。

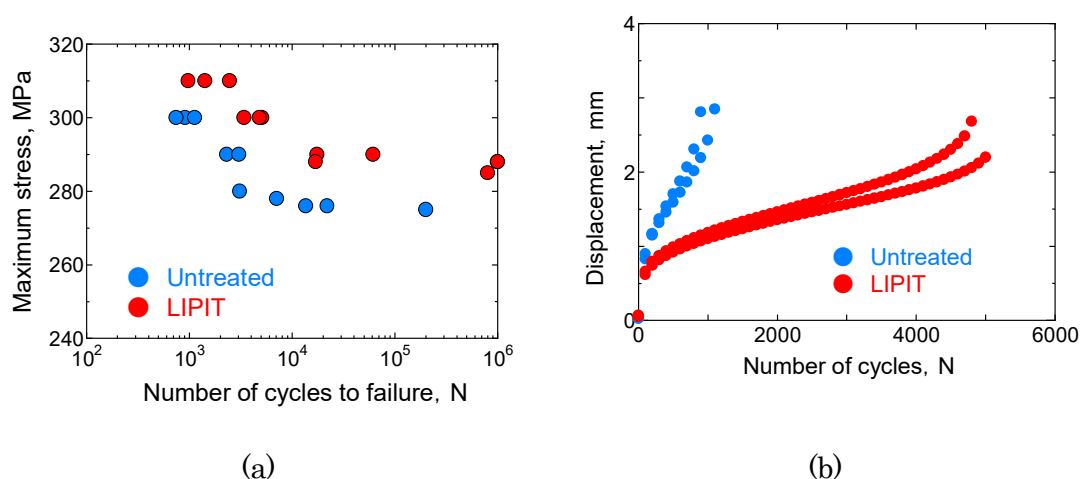


Fig.5 Results of tensile fatigue test

- (a) Stress and number of cycles curves to failure ($S-N$ curves),
(b) History of maximum displacement with a maximum stress of 300 MPa

次に、LIPIT 処理による疲労強度特性向上のメカニズムを明らかにするため、疲労破壊前の試験片表面を観察した。Fig.6 (a)に、最大応力 290 MPa における最大変位の推移を示すが、LIPIT 処理材では変形が遅延していることが分かる。さらに、Fig.6 (b)に示す試験片表面の SEM 観察結果より、LIPIT 処理ではすべり変形量が減少しているように伺えることから、明確に変形挙動を抑制していることが確認された。

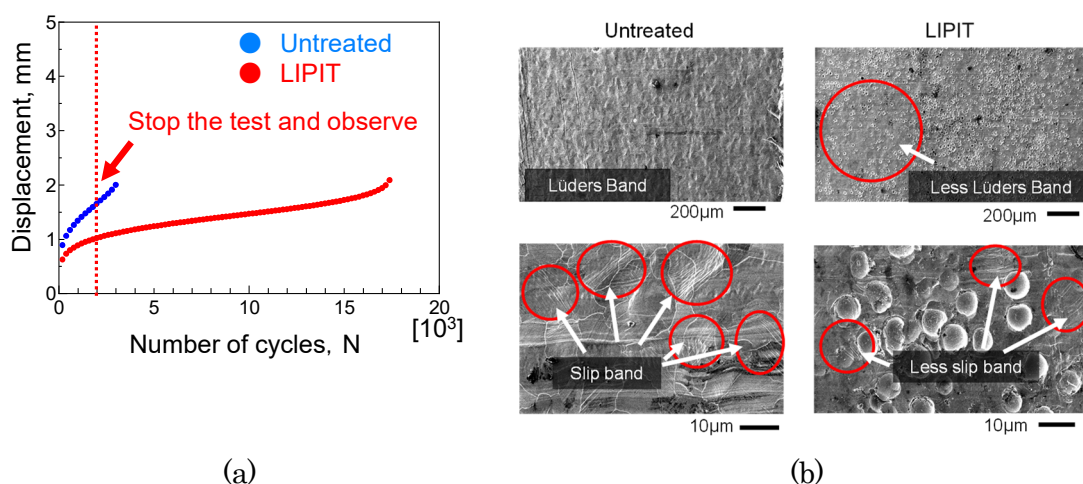


Fig.6 The test was stopped and observed 3,000 cycles before fatigue fracture
(a) Evolution of displacement with a maximum stress of 290 MPa, (b) SEM observation of surface of each specimen. Below is an enlarged image of the above

5・3 曲げ疲労試験

曲げ疲労試験により得られたき裂進展曲線を Fig.7 (a)に、き裂進展速度を Fig.7 (b)に示す。LIPIT 処理を施した試験片の疲労寿命は、無処理試験片と比較して約 2 倍に延長された。この寿命延長は、各き裂長さにおけるき裂進展速度が LIPIT 処理材の方が低下しているためである。すなわち、LIPIT 処理によりき裂の進展が抑制され、それに伴ってき裂伝播寿命および曲げ疲労寿命が向上したことが確認された。したがって、本 LIPIT 処理により、疲労き裂発生および進展を抑制することができることが分かった。

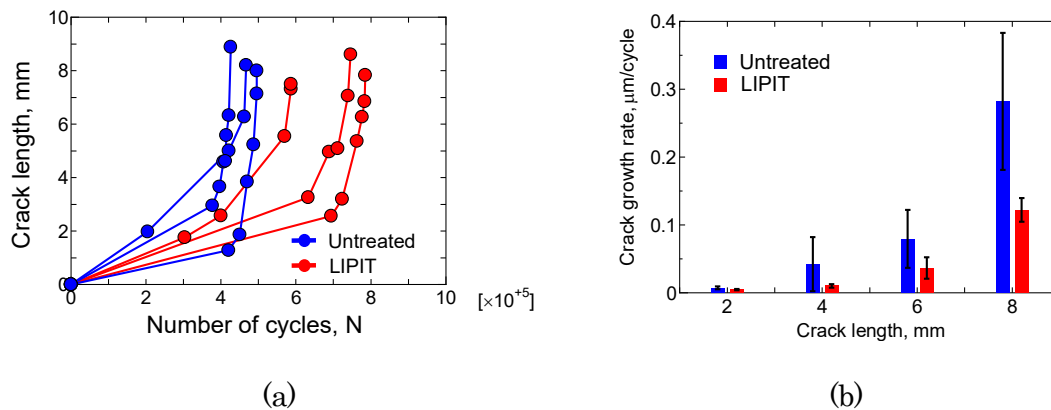


Fig.7 Results of bending fatigue test

(a) Surface crack propagation curves, (b) Surface crack propagation rate

6. 結言

本研究では、レーザー誘起粒子衝突試験（LIPIT）を薄板材料の表面処理技術へ展開した。得られた結果は以下のように要約される。

- 1) レーザーアブレーションによるマイクロ粒子の高速衝突試験を連続的に実施できる連続射出型 LIPIT を開発した。ベルトコンベアによる粒子発射台の自動搬送や X-Y ステージによる自動連続照射を実現した。これにより、対象材料の広範囲な表面処理の自動化を実現した。
- 2) 基本材料として純鉄の薄板（厚さ $100\mu\text{m}$ ）を用いて、本システムによる表面処理を行った。これにより、多数の粒子衝突による塑性変形（圧痕）を対象材料の表面に生成でき、ムラがなく巨視的に一様な表面処理を実現した。また、粒子衝突によって対象材料の大きな変形（たわみや反り）は無い状態であり、試験片の表層のみに粒子衝突ピーニングが実施できている状況であった。
- 3) この LIPIT 処理を施した薄板純鉄に対して、単軸引張の疲労試験および両振りの曲げ疲労試験を実施した。前者では $S-N$ 曲線より、LIPIT 処理材は 5 倍ほど寿命が延びることが分かった。一方、曲げ疲労試験では、疲労き裂進展挙動に着目して、LIPIT 処理効果について調べた。その結果、2 倍ほどのき裂進展の遅延を確認でき、LIPIT 処理による疲労き裂発生および進展の抑制効果が発現することが分かった。これは、LIPIT による衝突痕の塑性変形が、疲労損傷の端緒であるすべり変形を抑制していると考えられ、SEM 観察の結果からも明らかとなった。
- 4) 本開発技術は、従来の SP よりも小さい粒子（ $15\mu\text{m}$ ）を取り扱うことが可能であり、表層のみに加工硬化層を付与できたと考えられる。今後は、サブミクロンやナノ粒子と本技術を展開し、さらに薄い材料の改質技術として展開する予定である。

参考文献

- [1] D. Veyssset, Y. Sun, S. E. Kooi, J. Lem, and K. A. Nelson, "Laser-driven high-velocity microparticle launcher in atmosphere and under vacuum," International Journal of Impact Engineering, vol. 137, p. 103465, 2020.
- [2] Miki Kajihara, Kanari Nagaami, Takeru Miyagawa, Toshiyuki Kondo, Akio Yonezu, Development of a Velocity Measurement Method for a Microparticle Projectile and High-Speed Impact Testing of Metallic Materials for Grain Refinement, Acta Materialia, Volume 262, 1 January 2024, 119467 (11 pages)

謝 辞

本研究を遂行するにあたって多大なご支援をいただきました，公益財団法人 JFE21 世紀財団およびご関係の皆様に感謝申し上げます。

研究成果

(学会発表，国際会議プロシーディングス)

- 雨宮達也，梶原美紀，加藤駿矢，米津明生，連続射出型レーザー誘起粒子衝突試験を用いた金属薄板の表面処理と疲労試験，日本機械学会 2025 年度年次大会，J162p-06，北海道大学工学部，2025/09/08
- 梶原美紀，米津明生，レーザー誘起粒子衝突試験（LIPIT）の開発と表面改質技術への展開，日本材料学会関東支部および衝撃部門委員会講演会「マイクロ粒子の高速衝突試験の新展開」（依頼講演），中央大学後楽園キャンパス，2025/05/29
- Ryo Ichikawa, Miki Kajihara, Shunya Kato, Tatsuya Amamiya, Akio Yonezu, Development of Automated Laser Induced Particle Impact Test (LIPIT) for Surface Treatment of Thin Plates, APCFS2024/M&M2024, Proceedings: A204.pdf, Matsue, 11/25/2024

(学術論文)

- Miki Kajihara, Ryo Ichikawa, Tatsuya Amamiya, Syunya Kato, Akio Yonezu, Application of Laser-induced Particle Impact Test (LIPIT) to Surface Treatment: Improvement of Fatigue Life of Pure Iron Thin Plates. Under review.