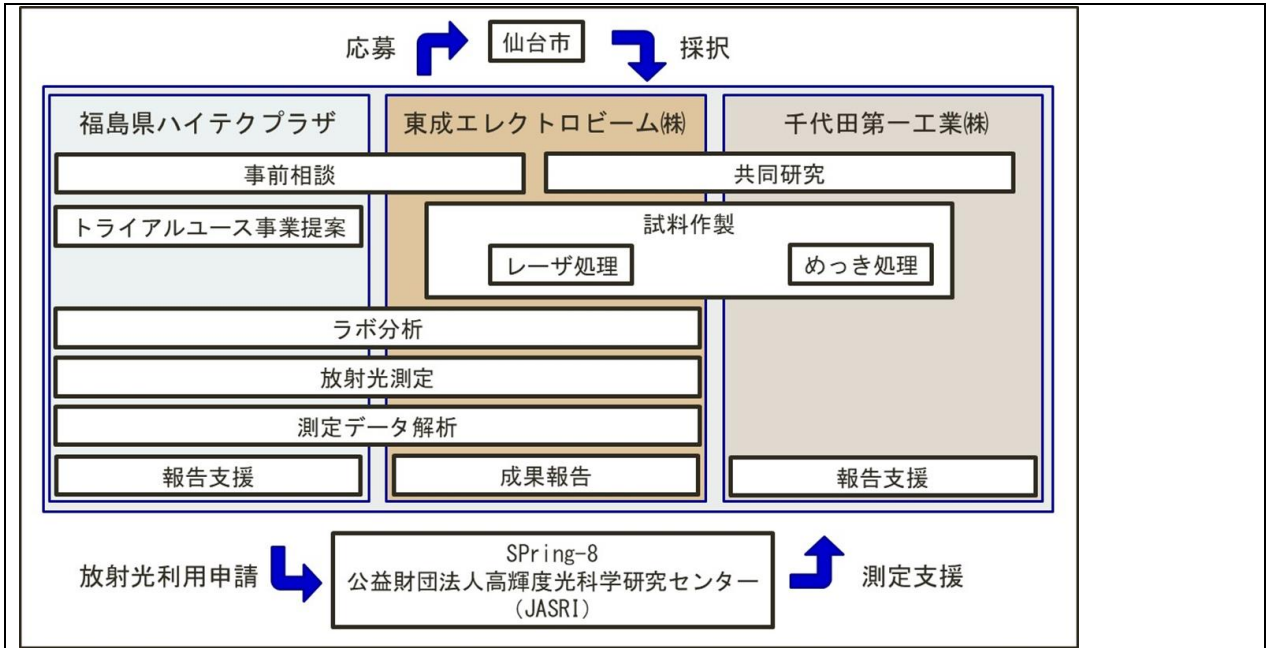


# 令和4年度仙台市既存放射光施設活用事例創出事業（トライアルユース） 事例報告書

1 課題名

レーザー洗浄における金属材料表面の残留応力変化

2 測定にあたっての体制（社外委託先を含め記載）



3 背景と測定目的

○背景

弊社が自社で開発・製造・販売しているレーザー洗浄機「イレーザー®」は、主に樹脂やゴムの成型金型のメンテナンス用として使用されており、材料の残渣・離型剤等の成形工程にて発生する汚れをレーザー照射によって除去可能であるが、めっき（特に硬質クロムめっき系）が施されたものに対しては表面に微細なクラックが発生することが確認されている。（図1）

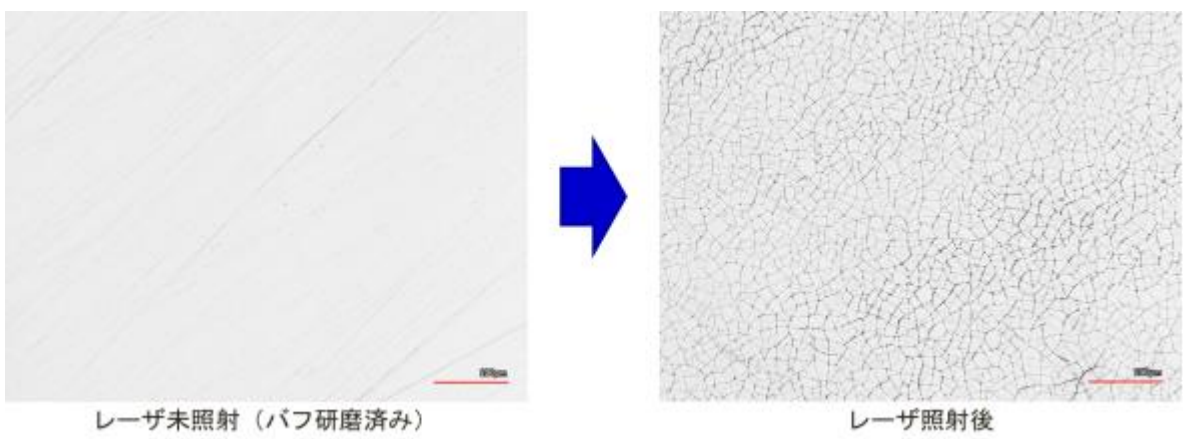


図1 レーザー照射前後のめっき変化（バフ研磨済み）

○目的

硬質クロム系のめっきは、生成過程においてクラックが内在しており、バフ研磨などの工程を経ることで鏡面に仕上げられている。この状態に対してレーザ洗浄（照射）すると微細なクラックが発生する。このクラックは新たに金属材料表面の状態（残留応力）をひずみスキャンニング法を用いて計測することで、なぜ微細なしわが発生するのか解明する。

○事前検証

硬質クロム系めっきは生成過程において内在クラックを含んでいるが、バフ研磨工程で鏡面に仕上げられる。バフ研磨による状態変化を取り除くために未研磨の試料にレーザ照射すると照射前に存在していたクラックとは別に新たなクラックを生じることが判明している。（図2）

この新たに生じたクラックはレーザ照射によって材料が何らかの影響を受けているものと推測される。

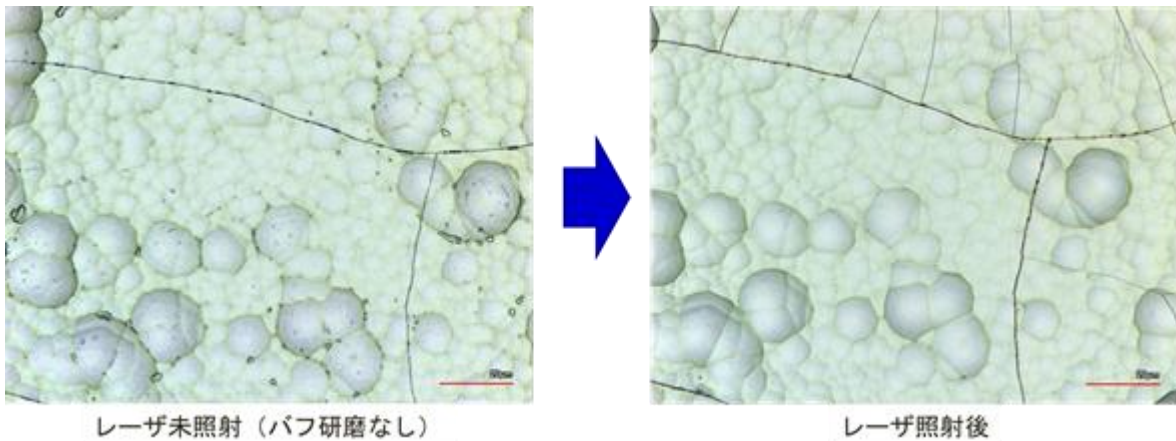


図2 レーザ照射前後のめっき変化（バフ研磨なし）

金型として使用される際には表面はバフ研磨されており、上記のようにめっき直後に顕在化したクラックさえ確認することが出来ないが、内在しているクラックに対してレーザ処理が与える影響をモデル化して考察する。（図3）

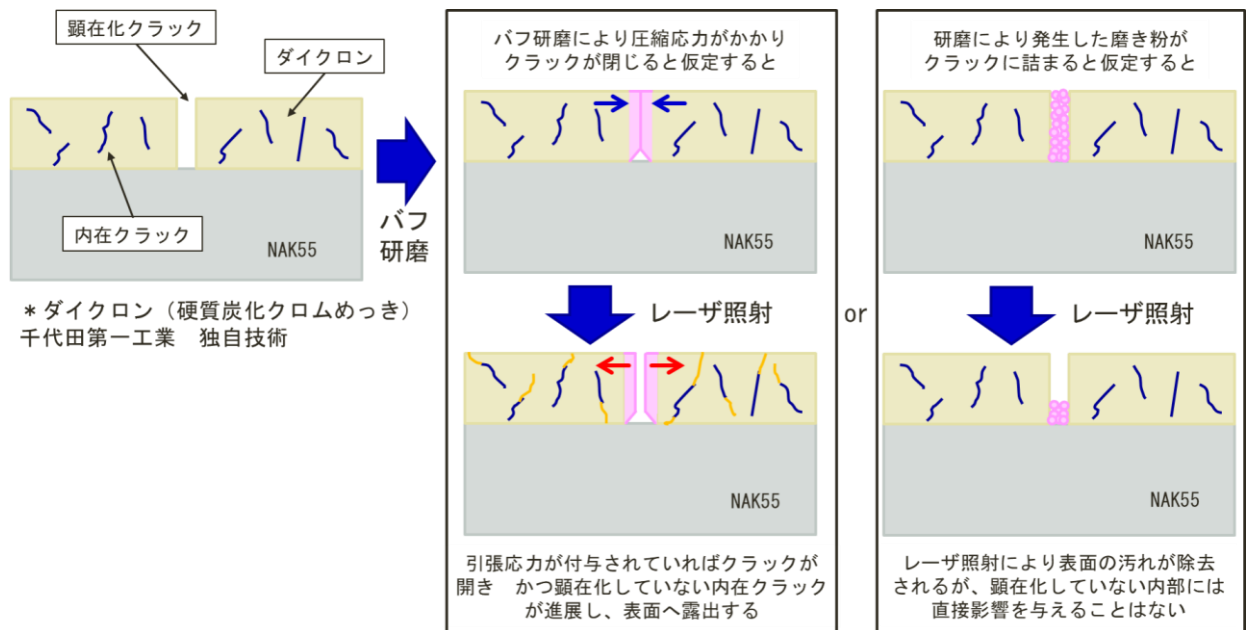


図3 クラックに着目した状態変化モデル図（成膜→研磨→レーザ照射）

前述での仮説においてレーザー照射によって引張応力が付与されると仮定すると実際の現象と結果が一致すると推測される。そのため、レーザー照射前後でめっきおよび母材の両部材に残留応力測定を実施し、そのメカニズムを解明する。

○レーザーによる残留応力付与の事例とレーザー洗浄の比較

表1のように特殊な条件下においては、レーザーピーニングと呼ばれる圧縮応力を付与することが知られている。また、レーザー局所加熱であれば通常は引張応力が付与されることも既知の事実である。レーザー洗浄ではレーザーピーニング条件に当てはまる項目もあるため、圧縮の残留応力を付与する可能性も否定出来ない。その場合、クラックの発生メカニズムを再度、仮説検討する。

	レーザーピーニング		レーザー局所加熱	レーザー洗浄
主な目的	疲労特性の向上		溶接	汚れ除去
処理環境	大気	水中	大気	大気
レーザー照射	130fs	10ns	ms～連続照射	数十～数百ns
残留応力	圧縮応力	圧縮応力	引張応力	圧縮応力？ 引張応力？

表1 レーザによる残留応力付与の事例

○ラボ分析と Spring-8 の違い

ラボ分析においては管球 X 線法を用いた測定であり、X 線侵入深さは約 5.6 μ m である。めっきおよび母材の両部材の残留応力を測定する。

Spring-8 においてはシンクロトロン放射光源の特徴かつ多目的 6 軸 X 線回折計を用いた侵入深さ一定法で測定・解析することでラボ分析では対応出来ない高精度・高分解能の測定が期待出来る。X 線の侵入深さは侵入深さ一定法を採用するため約 3.6 μ m までとなるが、深さ方向に約 0.5 μ m ピッチで詳細な応力分布が測定可能となる。(図4)

めっきと母材それぞれの残留応力を切り分けて測定出来る可能性がある。



図4 応力測定範囲のイメージ図

4 測定方法（測定手法、測定セットアップ、使用ビームラインなど）

○試料作製

○形状仕様

Φ 20mm

Rmax 0.3S

10mm ± 0.02

電磁式膜厚計にて厚さ測定

○母材仕様

材質: NAK55

- ・入熱による硬度変化・変形が少ない金型材料
- ・母材からの影響を最小限に抑える

○表面処理仕様

1. なし
2. ダイクロン(めっき厚さ: 3 μm)

○試料作成仕様

- ・各試料に対してレーザ条件を変え、レーザ照射実施
- ・表面観察し、各条件毎の差を確認 (面粗度、クラック有無、等)

\* NAK55は高性能・精密プラスチック金型およびゴム金型用鋼大同特殊鋼の登録商標

○試料作製：レーザ照射条件

めっきにダメージが入る条件からダメージが入らない条件までを網羅する為、ダイクロンへ照射した過去の実績から下記の条件にてレーザ照射する。

共通条件

照射パス数	1	[回]
洗浄定数	70	[-]

※洗浄定数: レーザの照射密度・除去サイズ等の要素をまとめて数値化したもの

評価条件

No.	パルスエネルギー
[-]	[%]
1	30
2	50
3	70
4	90

レーザ照射径(1パルス)

洗浄定数:  
レーザ照射径の重なり率

○試料観察

図5に各条件の表面状態を示す。

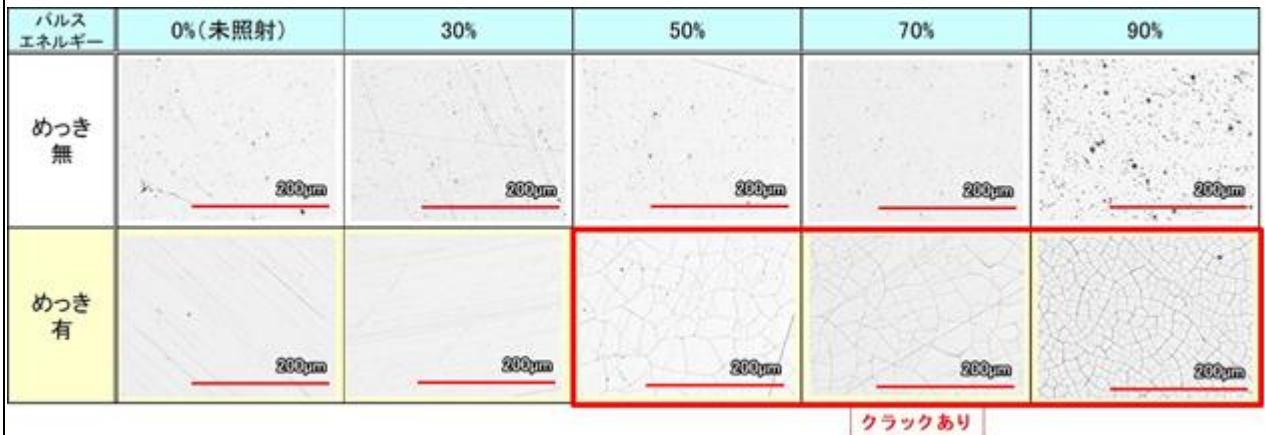


図5 レーザ照射条件による表面状態の比較

○ラボ分析

福島県ハイテクプラザが所有する X 線歪測定装置 (Rigaku 製 : AutoMATE) を用いて、作成した試料に対し X 線ひずみ測定を実施し、レーザ照射条件毎の傾向を確認することで Spring-8 にて測定する試料を決定した。想定機器の外観や応力算出の流れを図 6 に示す。

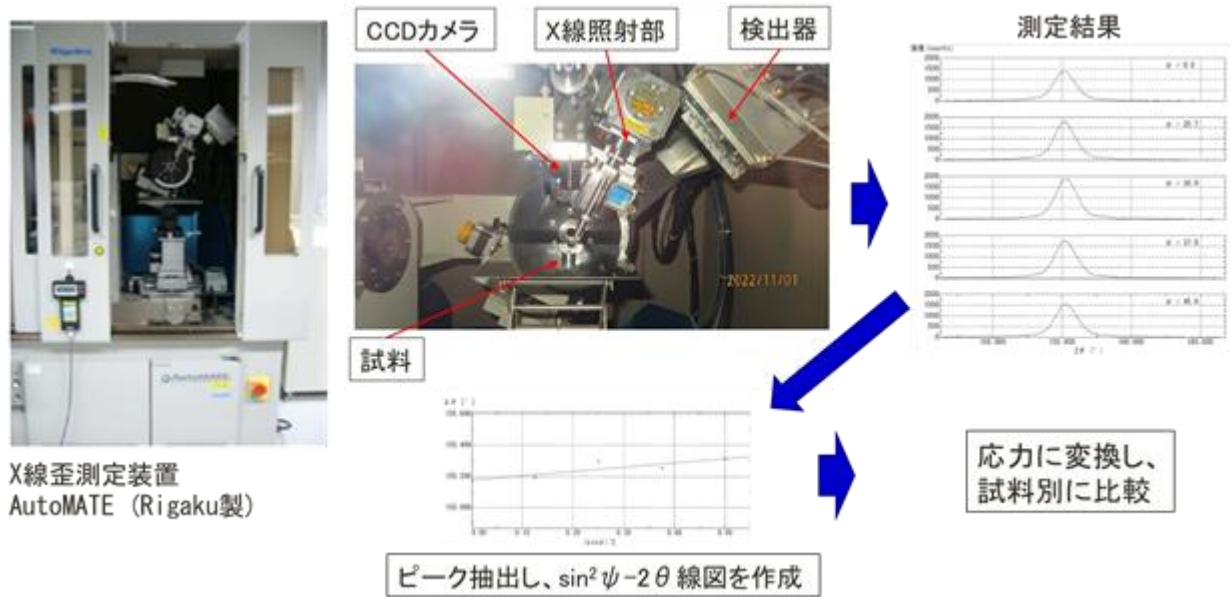


図 6 ラボ分析で使用した測定装置と応力変換の流れ

まずは、めっきされていない NAK55 についての測定結果を図 7 に示す。

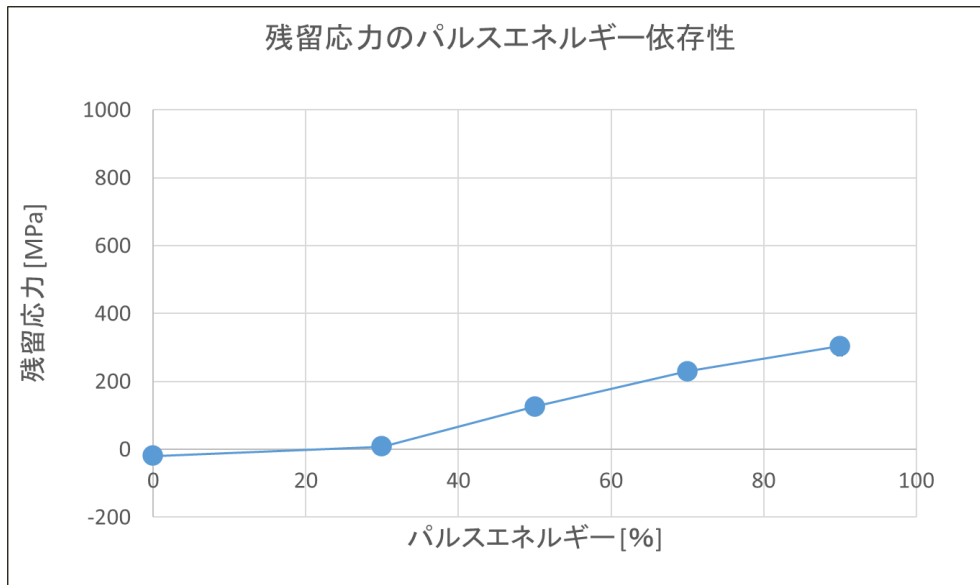


図 7 レーザ照射条件と残留応力の関係

次にダイクロンめっきされた材料に対しても同様の測定を実施したところ、図 8 のようなデータしか得られず、めっきそのものの応力測定は出来ないことが分かった。

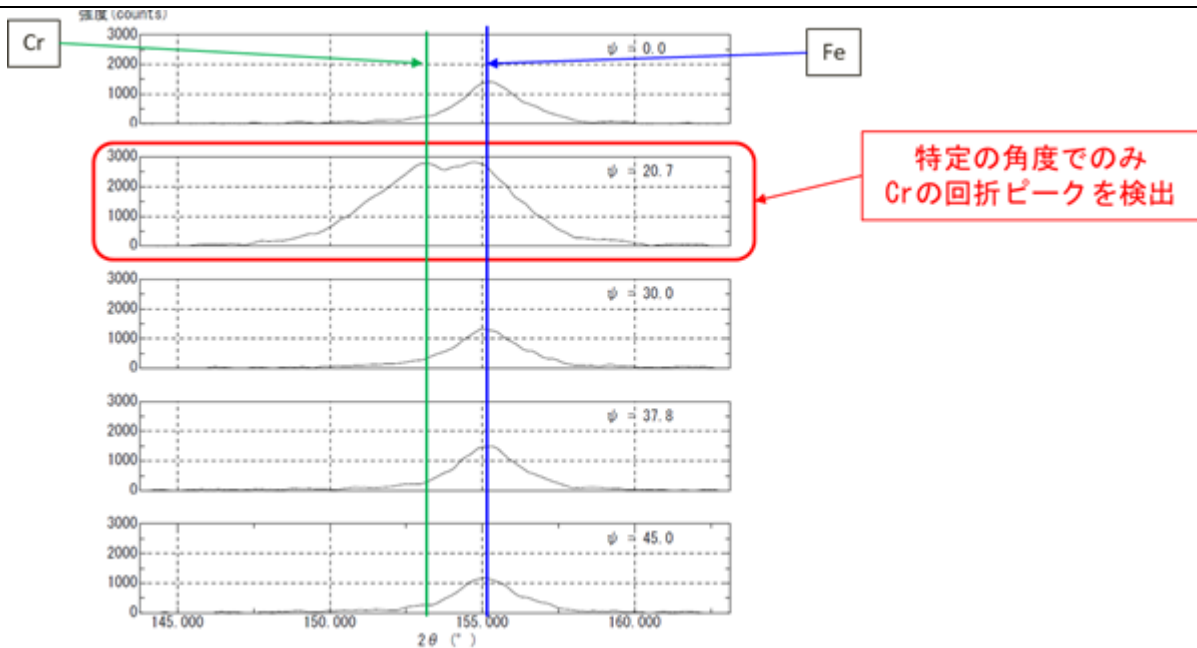


図8 ダイクロンめっきされた試料の応力測定結果

【ラボ分析：残留応力測定結果まとめ】

○めっき無 (NAK55)

- レーザ未照射時は材料に圧縮応力が付与されており、レーザ照射により引張応力が付与
- パルスエネルギー（レーザ強度）を増加させると引張応力が増加

○めっき有 (ダイクロン+NAK55)

- クロムのピークが部分的にしか測定できず、解析に必要なデータを取得出来なかった

○Spring-8 での測定

BL13XU に設置されている多目的6軸 X線回折計を用いて、硬質炭化クロムメッキ厚さ約  $3\mu\text{m}$  が施された鋼材試料 (NAK55、形状/ $\phi 30\text{mm}$ 、 $t10\text{mm}$ の円筒状) のメッキ/鋼材界面の残留歪み測定を X線回折測定により行う。(図9)

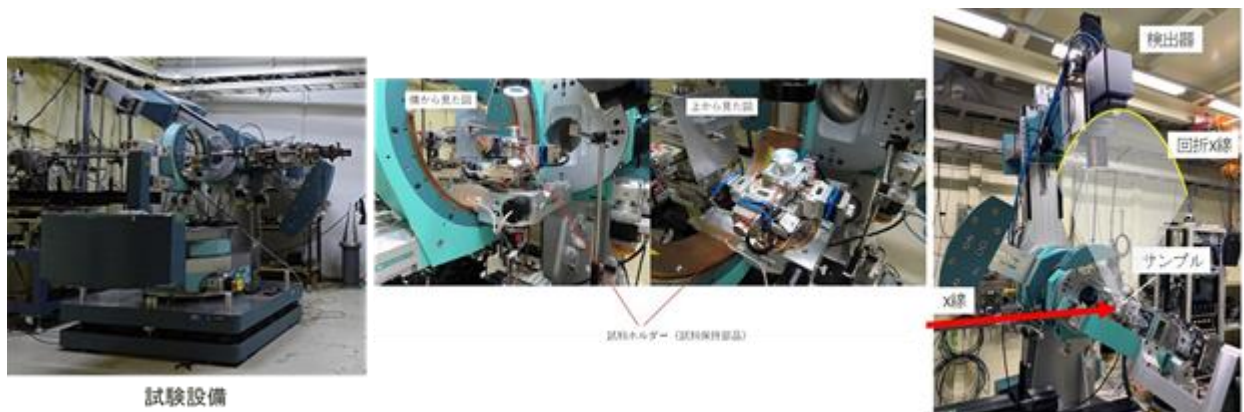


図9 BL13XU 多目的6軸 X線回折計の外観

鋼材に発生した界面近傍の残留歪みの深さ分布を評価するため、測定手法としては、試料に対する X線の入射角および回折 X線の検出角を制御することで試料に対する X線の侵入深さを制御しながら測定する X線侵入深さ制御  $\sin^2\psi$ 法を用いる。図10にその概要図、図11に測定装置と応力変換の流れを示す。

X線のエネルギーはメッキ/鋼材界面近傍を測定し、且つ硬質炭化クロムメッキに対するX線の透過能を確保するため、CrK吸収端より低い5.8keVとした。検出器は測定能率を向上するため、2次元検出機PILATU300Kの使用も検討する。上記手法により硬質炭化クロムメッキが施された鋼材試料のメッキ/鋼材界面の残留歪み測定を行い、レーザ洗浄処理を施す前の試料と施した後の試料の残留歪みの違いを比較し、レーザ洗浄処理の影響を検討する。

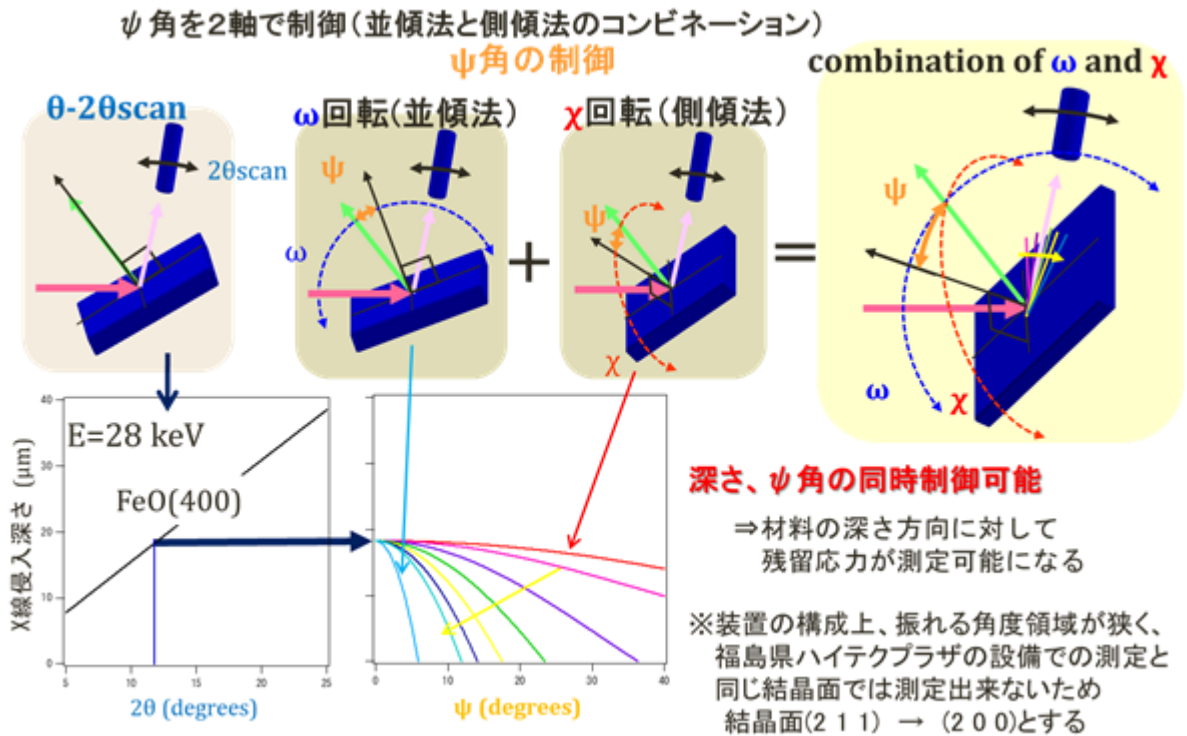


図 1 0 侵入深さ一定法の概要

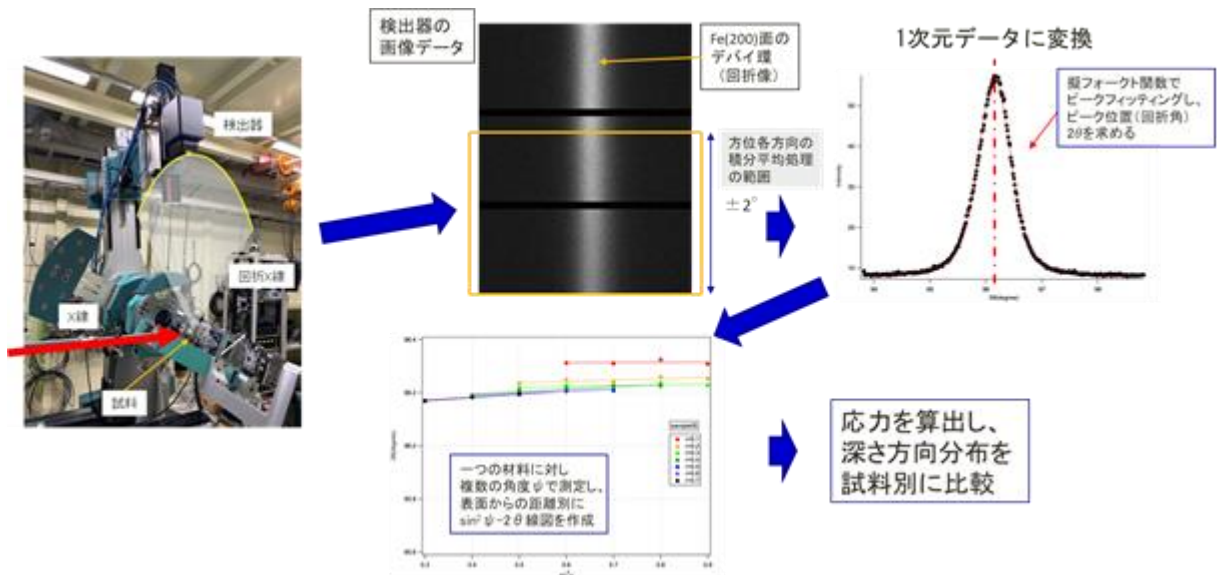


図 1 1 Spring-8 で使用した測定装置と応力変換の流れ

5 結果及び考察（代表的なグラフや図を用いて分かりやすく説明すること）

Spring-8 においても、まずはめっきされていない NAK55 のみにレーザー照射条件を変えた試料の測定を実施し、図 1 2 の結果が得られた。

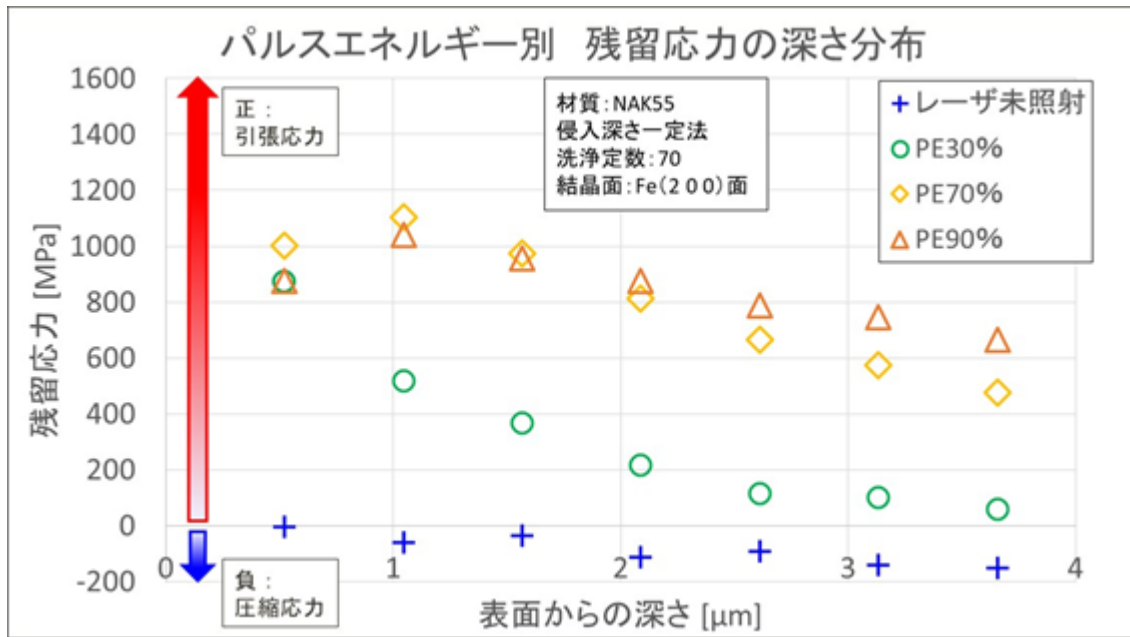


図 1 2 Spring-8 侵入深さ一定法による各レーザー照射条件と残留応力の関係

【Spring-8 での測定：残留応力測定結果まとめ】

○めっき無（NAK55）

- レーザ未照射（バフ研磨）は圧縮応力が残留しており、極表層より材料内部の方が強い傾向がある
- レーザ照射により引張応力が付与
- パルスエネルギー（レーザー強度）を増加させると引張応力が増加
- 引張応力は表面が強く、材料内部の方が弱くなる傾向がある

○めっき有（ダイクロン+NAK55）

- めっきの応力測定はラボ分析と同様に、解析に必要なデータを取得することは出来なかった



## 6 今後の課題

○レーザー洗浄において材料表面である最表層に強い引張応力が付与されることが分かったが、めっきそのものにはどのような残留応力が付与されるかは明確に出来ていない。物性上、測定困難である場合でも材料の組み合わせや異なる材料における現象の解明を進めることで、めっきの応力変化を類推していく。

○レーザー洗浄によって与えられた残留応力が材料に与える影響については、今回検証出来ていない。回転曲げ疲労試験などの評価を実施することでめっきされた成形金型の寿命に変化がないかを評価していく必要がある。

○放射光施設を利用することが初めてであり、一般財団法人光科学イノベーションセンターの八木直人様と公益財団法人高輝度光科学研究センターの佐藤眞直様には事前相談から測定・解析までご支援いただくことで有意義なデータ取得に繋がった。今後もさらに利用・活用をするためには知見や経験が必要になる。

特に、次世代放射光施設であるナノテラスは **Spring-8** とは異なる特性を有していることから、今回のアプローチとは別の観点でメカニズムの解明が出来ないかについても調査を継続する。

○課題審査会でコメントいただいたレーザー照射過程におけるめっき層の熱履歴観察や **In-Site** 計測について、本事業期間内には着手することが出来なかったが、残留応力が発生する過程において重要な項目である。測定手法も含めて調査および検証を進める必要がある。

## 7 参考文献

- 1) 田中啓介、鈴木賢治、秋庭義明：残留応力の X 線評価－基礎と応用－
- 2) 鈴木賢治、西川聡、秋庭義明、内山宗久、大城戸忍、橋本匡史、三浦靖史、湯村友亮：2 次元検出器による X 線応力測定
- 3) 佐野雄二：レーザーピーニング、レーザープロセッシング応用便覧 レーザー学会編
- 4) 詠村嵩之 他：フェムト秒レーザーピーニングによる 2024 アルミニウム合金の疲労特性向上、平成 28 年度秋季全国大会 書誌、溶接学会
- 5) 金沢悠介、西原啓三、高島康文：環境にやさしいレーザー洗浄技術、表面技術
- 6) 高橋慧輔：ダメージレスなレーザー洗浄機の特徴と金型洗浄への適用、プラスチック