

2012B1738

BL19B2

レーザー衝撃を与えたアルミニウム合金の X 線小角散乱 Small Angle X-ray Scattering of Laser-shocked Aluminum Alloys

佐野 雄二^a, 柏原 亮太^b, 松山 法央^b, 梶原 堅太郎^c, 佐野 智一^b
Yuji Sano^a, Ryota Kashiwabara^b, Norihiro Matsuyama^b, Kentaro Kajiwara^c, Tomokazu Sano^b

^a(株)東芝, ^b大阪大学, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aToshiba Corporation, ^bOsaka University, ^cJASRI

レーザーを照射した析出強化型アルミニウム合金の X 線散乱強度を、小角散乱(SAXS)および極小角散乱(USAXS)により測定した。その結果、レーザー照射によって機械的な衝撃を与えると、散乱強度が増大することがわかった。パルス幅約 8 ns の Nd:YAG レーザーの照射では、散乱ベクトル q の広い範囲で散乱強度が増大した。一方、パルス幅約 130 fs の Ti: Sapphire レーザーの照射では、高 q 領域で散乱強度の顕著な増大が認められた。

キーワード： アルミニウム合金, レーザー衝撃, 微細組織, SAXS, USAXS

背景と研究目的：

金属材料の強化手法の一つに析出強化があり、溶体化や時効処理といった熱処理により材料全体の特性を制御する手段として使われている。レーザーにより析出を制御できれば、必要な部位のみを高強度化することが可能となる。また、溶接などの入熱により析出物が溶解して強度が低下した部位の強度回復にも使用できる可能性がある。

析出強化型の合金に対してレーザー衝撃により高いひずみ速度で動的時効処理を行うと、微細な析出物が生成される可能性が示唆されている^[1, 2]。また、TEM による組織観察では析出物の生成が確認されているが^[3]、材料強度を決定付ける μm 以上のマクロな領域に対するデータは皆無である。そこで、レーザー衝撃による析出物の生成とその分布に関する知見を得ることを目的として、析出強化型のアルミニウム合金に対する小角散乱(SAXS)および極小角散乱(USAXS)を試みた。

実験方法：

1. 試験片の作製

供試材は航空機グレードの Al-Si-Mg 系 A6061 および Al-Cu 系 A2024 アルミニウム合金とし、素材メーカーにて T3 処理されたものを購入した。T3 処理は析出物の溶体化処理を行った後に強度向上のために冷間加工を行い、さらに自然時効させることにより析出物を成長させたものである。購入した供試材はケミカルミリングにより薄肉化し、数十 mm 角に切断して試験片とした。一部の試験片には溶体化処理 (ST) を施して T3 処理によって生じた析出物を固溶させたのち、自然時効を行った。レーザー衝撃処理は表面処理技術の一つであり、その効果は表面および表面からある深さに限られるため、本実験においては試験片の厚さは薄い方が好ましい。このため、ケミカルミリングで安定に薄肉化できる試験片として、厚さ 0.1 mm および 0.2 mm の試験片を用意した。なお、当初測定を計画していた A7075 については航空機グレードの供試材の調達が困難であったため、測定を見送った。

2. レーザー照射

各試験片には、レーザーパルス照射して表面に高圧のプラズマを発生させ、機械的な衝撃を与えた。析出物の生成およびその分布に対するひずみ速度の影響を確認するため、パルス幅約 8 ns の Nd:YAG レーザーとパルス幅約 130 fs の Ti: Sapphire レーザーを使用した。レーザーを照射した際の材料のひずみ速度は、各々 $10^6/\text{s}$ および $10^{11}/\text{s}$ のオーダーと考えられている^[4, 5]。

レーザーの照射条件を表 1 に示す。Nd:YAG レーザーはパルス幅が長いいため、大気中の照射では十分な衝撃が得られない^[6]。このため、試験片の表面にアクリル板を張り付けてプラズマを閉じ込め、レーザー照射による衝撃を高めた。Ti: Sapphire レーザーの場合には、パルス幅が短くピーク出力が高いため、大気中での照射においても大きな衝撃を得ることができる^[5]。

Nd:YAG レーザーは試験片に対して1パルスのみ照射し、その照射痕内で SAXS および USAXS を行った。Ti: Sapphire レーザーはパルスエネルギーが小さいため、十分なプラズマ圧力を発生させるためにはレーザーパルスを 0.1 mm 以下に絞り込む必要がある。そこで、レーザーを2次元的にスキャンして試験片に照射し、SAXS および USAXS を行うための十分な面積を処理した。その際、レーザーパルスのカバレッジは 80% および 692% とした。ここで、カバレッジは試験片に照射した全レーザーパルス数を N 、照射スポット径を D 、処理面積を A とすると $\pi D^2 N / 4A$ で定義され、試験片表面の各点に照射されるレーザーの平均パルス数に相当する。従って、カバレッジが 692% の試験片は、約 7 回繰返してレーザー衝撃による冷間加工を受けたことになる。

表 1. レーザーの照射条件

レーザー発振器	波長	パルス幅	照射方法	カバレッジ
Nd:YAG	532 nm	8 ns	固体閉じ込め	100%(シングルパルス)
Ti: Sapphire	800 nm	130 fs	大気中	80%, 692%

3. X 線小角散乱実験

SAXS および USAXS は SPring-8 の産業用ビームライン BL19B2 で行った。X 線のエネルギーは 18 keV とし、レーザーを照射した部位とレーザーを照射していない部位について散乱強度を測定した。SAXS では試験片と検出器(PILATUS-2M)を第 3 実験ハッチに設置し、カメラ長(試験片と検出器の距離)を 3.1 m とした。USAXS では試験片を第 2 実験ハッチに設置し、カメラ長を 41.8 m とした。なお、カメラ長の校正にはカラーゲンを用いた。

実験結果：

試験片およびレーザーの照射条件と結果との対応を表 2 に示す。

表 2. 試験片およびレーザーの照射条件と結果との対応

供試材	溶体化処理(ST)	照射レーザー	照射条件	結果
A6061-T3 (0.2 mm)	あり	Nd:YAG	1パルス照射	図 1
			未照射	
		Ti: Sapphire	カバレッジ 80%	図 2
			カバレッジ 692%	
	未照射			
A2024-T3 (0.1 mm)	あり	Ti: Sapphire	カバレッジ 80%	図 3
			カバレッジ 692%	
			未照射	
	なし	Ti: Sapphire	カバレッジ 80%	図 4
	カバレッジ 692%			
		未照射		

1. A6061 試験片の散乱プロファイル

溶体化処理(ST)した A6061 試験片(厚さ 0.2 mm)の散乱強度を図 1 および図 2 に示す。両図とも左側が USAXS、右側が SAXS の結果である。レーザーを照射していない部位の散乱プロファイルは-4 乗に近い q 依存性を持っている。Nd:YAG レーザーを照射すると、散乱強度が約 2 倍となり、プロファイルがほぼ平行に移動した(図 1)。一方、Ti: Sapphire レーザーを照射した試験片は、レーザー衝撃が約 1 回(カバレッジ 80%)の場合には q 依存性が僅かに変化する程度であったが、レーザー衝撃が約 7 回(カバレッジ 692%)の場合には散乱強度が高 q 側で大きく増加し、 $q > 0.3 \text{ nm}^{-1}$ で 20 倍以上の散乱強度が得られた(図 2)。カバレッジ 692%の試験片は、相互作用時間の短い Ti: Sapphire レーザーの照射による衝撃で繰返し冷間加工を受けたため、微細な空間サイズ(高 q 側)の変化が誘起されたものと考えられる。

図 1 の A6061 試験片は、SACLA にて Nd:YAG レーザーを照射して動的 XRD 実験に供した試験片である^[7]。SACLA における動的 XRD 実験では、結晶粒の微細化や亜粒界の生成などが示唆さ

れている^[1,2]。また、Ti: Sapphire レーザーの照射では、材料は高いひずみ速度で変形を受け、相互作用時間が短いことから、より微細な空間サイズでの変化が誘起された可能性がある。

2. A2024 試験片の散乱プロファイル

A2024 試験片(厚さ 0.1 mm)の散乱強度を図 3 および図 4 に示す。図 3 は溶体化処理(ST)材の結果を、図 4 は T3 時効処理材の結果を示している。両試験片ともレーザー衝撃は Ti: Sapphire レーザーにより行った。レーザー衝撃が約 1 回(カバレッジ 80%)の場合には、溶体化処理(ST)材(図 3)ではほとんど変化が現れなかったが、T3 時効処理材(図 4)では高 q 側で散乱強度が増加した。レーザー衝撃により繰返し約 7 回(カバレッジ 692%)の冷間加工を行った場合には、散乱強度が大きく増大し、特に T3 時効処理材(図 4)の高 q 側で散乱強度が顕著に増大した。

図 3 および図 4 において約 1 回のレーザー衝撃を与えた試験片と約 7 回の繰返し衝撃を与えた試験片の散乱プロファイルの差に着目すると、レーザー衝撃回数を約 1 回から約 7 回に増加させたことにより散乱強度が大きく増加していることが分かる。また、散乱強度の増加分は、溶体化処理(ST)材と T3 時効処理材ではほぼ同様の傾向を示すことが分かる。

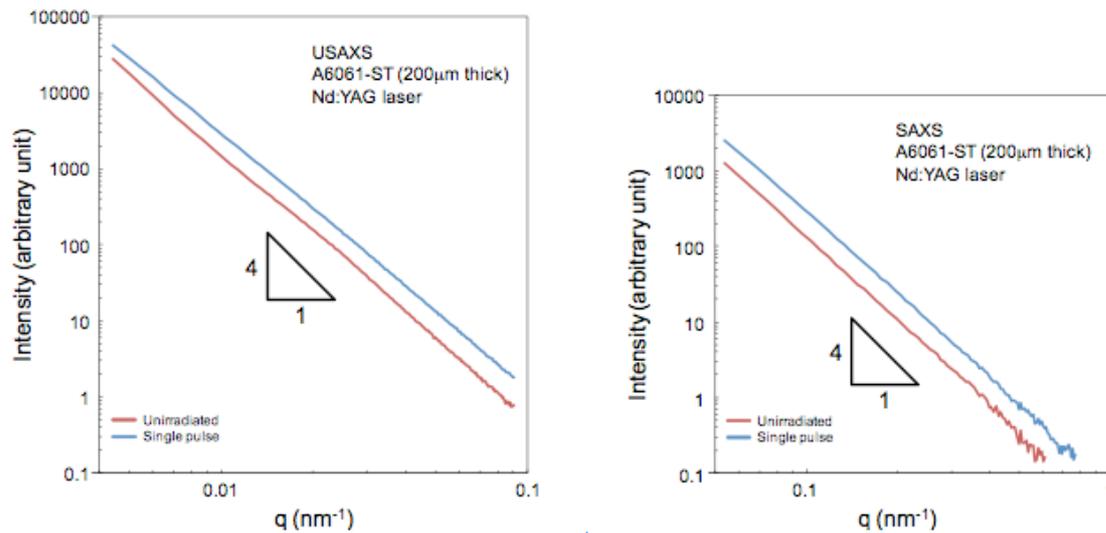


図 1. Nd:YAG レーザーの照射による散乱強度の変化(A6061 溶体化処理材)

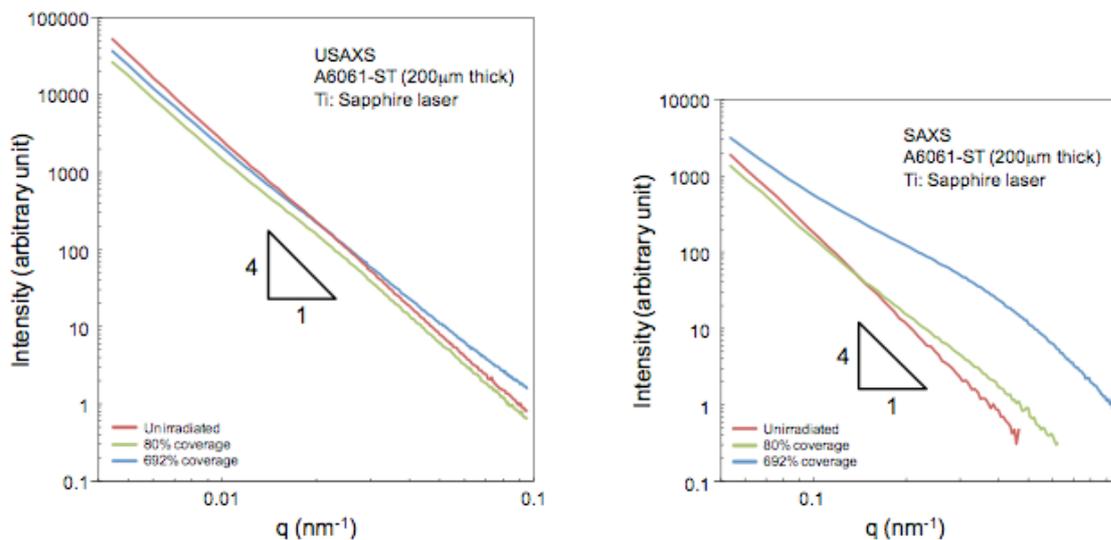


図 2. Ti: Sapphire レーザーの照射による散乱強度の変化(A6061 溶体化処理材)

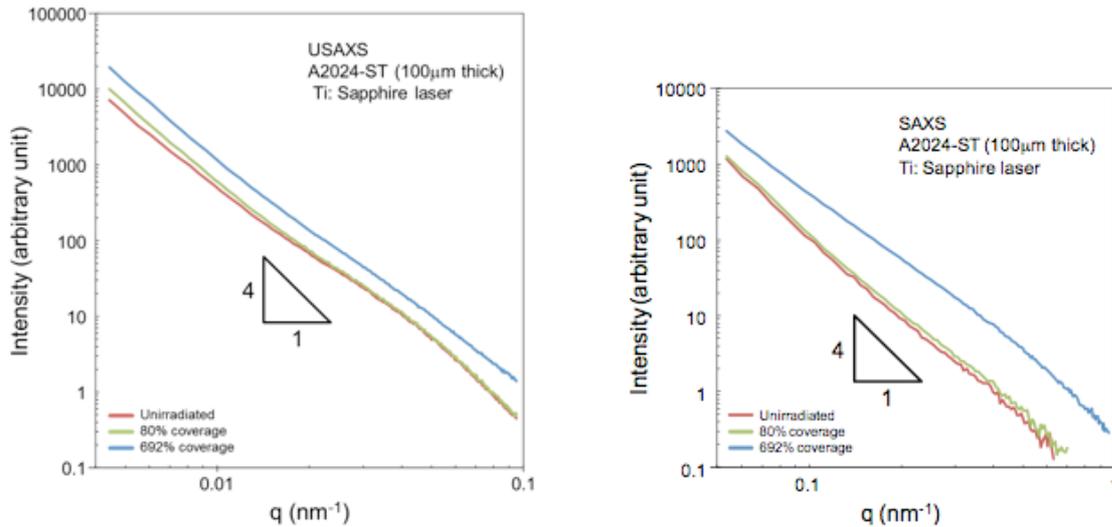


図 3. Ti: Sapphire レーザーの照射による散乱強度の変化(A2024 溶体化処理材)

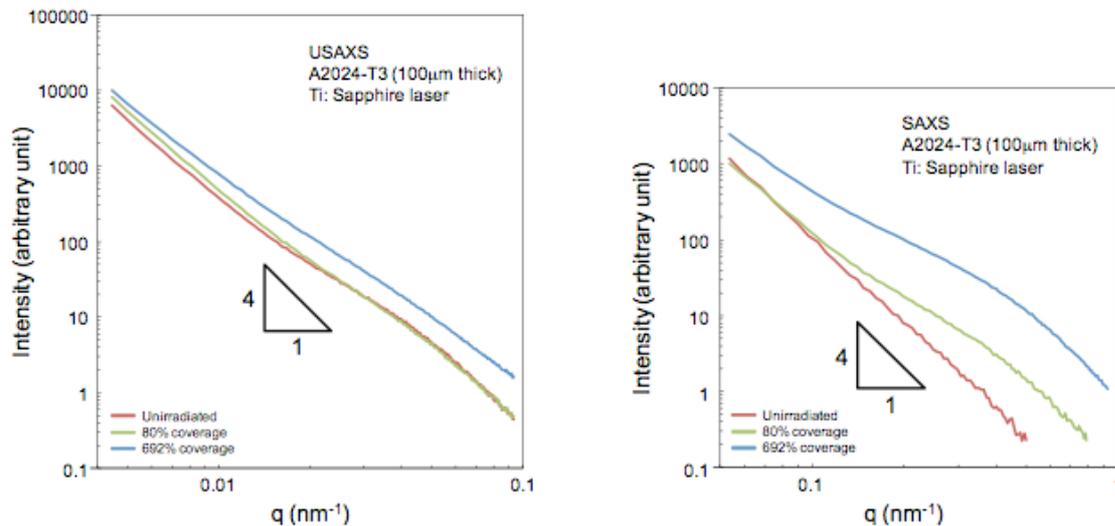


図 4. Ti: Sapphire レーザーの照射による散乱強度の変化(A2024 T3 時効処理材)

結論および今後の課題：

析出強化型のアルミニウム合金 A6061 および A2024 にレーザー照射による機械的な衝撃を加えると、散乱強度が増大することが分かった。散乱強度の増大は、結晶粒微細化による粒界の増大や析出物の生成など様々な要因が考えられる。このため、TEM による微細組織観察、X 線回折による析出物の同定、SACLA におけるレーザーポンプ& XFEL プロブ実験^[1, 2]の結果なども考慮して、析出ダイナミクスの検討と散乱強度プロファイルの定量的な評価を実施していく予定である。また、最終的には、レーザー衝撃を加えた試験片の疲労試験を行い、レーザー衝撃による材料の超高強度化を実証する予定である。

参考文献：

- [1] 佐野雄二, 第 2 回 SACLA シンポジウム要旨集, 東京国際フォーラム, 2012 年 12 月 8 日.
- [2] 佐野雄二 他, 日本物理学会第 68 回年次大会, 広島大学, 2013 年 3 月 29 日.
- [3] Y. Liao et al., *J. Appl. Phys.* **110**, 023518 (2011).
- [4] 佐野雄二 他, 日本原子力学会誌, **42**, 567 (2000).
- [5] T. Sano et al., *J. Appl. Phys.* **90**, 5576 (2001).
- [6] Y. Sano et al., *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, **121**, 432 (1997).
- [7] 佐野雄二 他, 平成 24 年度 利用課題実験報告書 (2012A), 2012A8012, SACLA 一般課題.

©JASRI

(Received: September 2, 2016; Early edition: December 2, 2016;
Accepted: December 12, 2016; Published: January 31, 2017)