

論文内容の要旨

氏名	楠原孝良			
学位の種類	博士(工学)			
学位記番号	工第194号			
学位授与の日付	平成24年3月22日			
学位授与の要件	学位規程第5条第1項該当			
学位論文題目	半導体レーザーによる鋼の表面硬化処理に関する研究			
論文審査委員	(主査)	教授	森本純司	
	(副主査)	教授	沖幸男	
	(副主査)	教授	窪堀俊文	

近年、材料の分野においても地球環境の観点から、資源を大切にすべくエコマテリアル化が進み、材料の強靱化と表面改質などの改善技術が重要になっている。一方、産業の急速な発展は、材料の高機能化、高寿命化、高負荷化の要求が増しており、材料に対して高耐摩耗性や高耐腐食性などの表面機能を付与する新しい表面処理技術の開発が望まれている。表面改質には、従来からのめっき法、溶射法、浸炭法、窒化法、ポロナイジング法などがあり、広範囲の工業分野に適用されている。また、イオン注入、PVD、CVDなども確立した技術になり、精密機器などへの適用が拡大している。

金属材料の表面硬化技術には、浸炭焼入れ、高周波焼入れ、火炎焼入れ、電子ビーム焼入れなどがある。これらの技術により材料表面に形成される硬化層は、次のように大別できる。

1. 表面層の化学組成を変化させずに、その部分の組織のみを変化させる方法
2. 表面層の化学組成を変化させる方法
3. 材料表面に種々の皮膜を形成する方法

化学組成を変化させずに、その部分の組織のみを変化させて硬化層を形成する方法の一つにレーザー焼入れ法があり、YAGレーザーやCO₂レーザーを使用した適用例が多く報告されている。しかし、これらのレーザー装置は、エネルギー変換効率が10%から20%未満と悪くコスト面などにより適用される用途に限られている。一方、エネルギー変換効率に優れている半導体レーザー装置は、高出力化、信頼性の向上が進み、鋼の表面焼入れに適用できれば、生産コストや省エネからも有用であると考えられる。また、炭素鋼の半導体レーザー焼入れにおける硬化層深さを予測する熱伝導解析シミュレーション法の開発は応用分野を拡大するために必要である。

材料表面に硬化層を形成する方法としてレーザークラディング法があり、多くの研究結果が発表されている。半導体レーザーは、波長が近赤外域にあり金属表面に対する吸収率が高く、ビーム強度分布が一様であり、楕円形状ビームにより広い加熱面積を取れる利点がある。Ni基自溶合金粉末は耐摩耗性、耐食性に優れており、溶射法により機械部品などの摩耗防止などに適用されているが、フュージングによる再溶融処理が必要であり、作業時間などに課題がある。この点を解消するため、再溶融処理の無い、粉末連続供給方式の半導体レーザークラディング法による高硬度の緻密構造膜の形成プロセスを実験的に検討・考察している。

材料表面の化学組成を変化させて硬化層を形成する方法の一つにポロナイジング処理法がある。本処理法は、材料表面からボロンを侵入拡散させ鋼材表面にボロン化合物層を形成させる技術であり、古くから研究されており、粉末法、塩浴法、塩浴電解法、ガス法などがある。これらの成膜プロセスは、高温、長時間処理になるため基盤材料の特性劣化などの課題があった。そこで高出力の半導体レーザーを用いて短時間で高硬度のボロン化合物層を形成するプロセスについて実験的に検討している。半導体レーザーポロナイジング技術の確立は基盤材料の熱変形を少なくでき、機械的特性を低減させない利点がある。

本研究では、このような背景のもと、半導体レーザーを用いた3つの表面硬化処理法（レーザー焼入れ法、レーザークラディング法、レーザーボロナイジング法）により炭素鋼表面に高機能の硬化層形成を行い、その硬化層の構造および特性を求めている。併せて熱伝導解析シミュレーションにより焼入硬化層深さの予測法を開発している。

6章からなる本論文の概要は以下の通りである。

第1章では、結論であり、本研究の方針、背景と従来の研究を概観している。

第2章では、機械構造用炭素鋼棒（S45C）、炭素工具鋼棒（SK4）、マルテンサイト系ステンレス鋼棒（SUS440C）に対して半導体レーザー焼入れを行い、焼入硬化層の組織、硬さ、硬化層深さに及ぼすレーザー出力、レーザー照射速度、オーバーラップ比率などのレーザー照射条件を実験的に検討・考察を加えている。その結果、機械構造用炭素鋼と炭素工具鋼の焼入硬化層深さはレーザー出力の増大と共に、ほぼ直線的に増加することを明らかにしている。一方、マルテンサイト系ステンレス鋼の焼入硬化層深さは、レーザー出力を増大させてもあまり変化を示さなかったと述べている。また、レーザー照射速度を6mm/sから16mm/sに速くすると機械構造用炭素鋼並びに炭素工具鋼の焼入硬化層深さは減少することを明らかにしている。レーザー出力100Wのレーザー焼入れにおいては、全てのレーザー照射速度においてマルテンサイト変態による硬化層が形成できたことを明らかにしている。機械構造用炭素鋼の焼入硬化層は、オーバーラップ比率を25%から75%に増加すると共に均一な硬化層を形成したが、そのビッカース硬さは低下したと述べている。直径12mm、20mm及び25mmの機械構造用炭素鋼棒に対するレーザー焼入れ実験において、炭素鋼棒の形状が焼入硬化層のビッカース硬さに影響を及ぼすことを明らかにしている。以上の結果より、炭素鋼の焼入硬化層の硬化深さ、硬さに対してレーザー照射条件などが影響を与えることを明らかにしている。

第3章では、有限要素法を用いた三次元非定常熱伝導解析により、レーザー照射した炭素鋼の温度分布・変化を計算し、半導体レーザー焼入れにおける炭素鋼の表面焼入硬化層深さを予測するプログラムを開発している。3-D FEMモデルを作成するためのメッシュ分割条件を明らかにし、次いで、炭素鋼棒の3-D FEMモデル断面の熱伝導解析シミュレーションから求めた最高到達温度と、第2章で求めた表面焼入硬化層深さの関係を検討・考察し、焼入硬化層形成するために必要とする最高到達温度を求めている。以上の結果より、65Wから150Wのいずれのレーザー出力においても、 $\pm 50 \mu\text{m}$ の誤差の範囲でレーザー焼入れによる焼入硬化層深さと熱伝導解析シミュレーションにより求めた A_c1 変態点温度以上を示す温度域に相関があることを明らかにしている。本熱伝導解析シミュレーションにより求めた機械構造用炭素鋼の最高到達温度が A_c1 変態点以上を示す領域は、焼入硬化層の形成領域と一致したと述べている。以上の結果より熱伝導解析シミュレーションは機械構造用炭素鋼の半導体レーザー焼入れでの硬化層深さの予測に有用であることを明らかにしている。

第4章では、連続粉末供給方式の半導体レーザークラディング法によりNi基自溶合金皮膜の作製を行い、皮膜構造、皮膜特性に及ぼすレーザー照射条件の影響に関して実験的に検討・考察している。基盤材料は機械構造用炭素鋼管（S45C）およびオーステナイト系ステンレス鋼管（SUS304）を使用した。併せて、レーザークラディング法による精密造形の可能性についても検討している。その結果をまとめると以下のようになる。

Ni基自溶合金皮膜の構造は、成膜する炭素鋼管の回転方向により変化を示し、粉末供給方向と同じ順方向で成膜したNi基自溶合金皮膜は均一構造になると述べている。また、粉末供給ノズル角度を 90° から 30° に変化させると成膜厚さは増大し、粉末供給ノズル角度 30° において皮膜厚さがもっとも大きくなることを明らかにしている。粉末供給ノズル角度 45° において形成される皮膜のビッカース硬さは高く、緻密構造膜が得られることを明らかにしている。半導体レーザークラディング法により形成したNi基自溶合金皮膜の構造は、粒子径の減少と共に緻密となり、粒子径 $32 \mu\text{m}$ 以下のNi基自溶合金粉末により作製した皮膜は、鋼管に対して良好な密着状態であり、欠陥部の少ない皮膜構造となることを明らかにしている。

Ni基自溶合金皮膜のビッカース硬さは半導体レーザーの出力が増大すると共に向上する傾向を示し、また、レーザー照射速度を遅くし、オーバーラップ比率を増加すると、ビッカース硬さが増加することを明らかにしている。レーザービーム形状の異なる半導体レーザー装置（ビーム形状： $1800 \mu\text{m} \times 363 \mu\text{m}$ 、 $3290 \mu\text{m} \times 190 \mu\text{m}$ ）においてもレーザー出力、レーザー照射速度、オーバーラップ比率を高精度に調整することで、炭素鋼管表面に高機能のNi基自溶合金皮膜を形成することができることを述べている。

第5章では、半導体レーザーボロナイジング法によりステンレス鋼表面に対して耐摩耗性に優れた珪化物層を形成する成膜実験を行い、皮膜構造、皮膜特性に及ぼす半導体レーザー照射条件の影響に関して実験的に検討・考察している。その結果、19.77mass%B-Fe合金粉末のレーザーボロナイジング処理によってステンレス鋼表面に形成した珪化物層は、貫通クラック、介在物が認められたが高硬度になると述べている。この欠陥部防止のため B_2O_3 粉末を混合して成膜実験を行った結果、高硬度で緻密構造の珪化物層が形成できることを明らかにしている。レーザーボロナイジング処理によりステンレス鋼表面に形成される珪化物層は、平坦形状であり、従来のボロナイジング処理によって作られる櫛歯状組織は認められなかったと述べている。これはNi、Cr元素の影響によると述べている。X線回折結果からは、珪化物層内にFeBや Fe_2B の回折ピーク、並びにNiB、CrBの回折ピークが認められたことを明らかにしている。また、レーザー出力262W、オーバーラップ比率66%、レーザー照射速度2mm/sのレーザーボロナイジング処理条件によりステンレス鋼管表面に高硬度の珪化物層を形成することができることを明らかにしている。

第6章では、結論として各章で得られた内容をまとめ、本研究の成果を要約している。

半導体レーザー装置を用いたレーザー焼入れ法、レーザークラディング法およびレーザーボロナイジング法において、レーザー出力、照射速度、オーバーラップ比率を高精度に制御することで、耐摩耗性に優れた焼入硬化層や高硬度の合金皮膜を形成することを明らかにしている。これらの方法は、従来の CO_2 レーザーやYAGレーザーなどによる成膜法と比較して、エネルギー損失も少ない、被処理材に対するレーザー吸収剤をあまり必要としない、環境にやさしい加工技術であり、工業的にも有用な表面処理法であると結論付けている。

論文審査結果の要旨

近年、地球環境の観点から、エコマテリアル化が進み、材料の強靱化と表面改質などの改善技術が重要になっている。一方、産業の急速な発展は、材料の高機能化、高寿命化、高負荷化の要求が増しており、材料に対して高耐摩耗性や高耐腐食性などの表面機能を付与する新しい表面処理技術の開発が望まれている。YAGレーザやCO₂レーザを使用した表面処理技術の適用例が多く報告されている。しかし、これらのレーザ装置は、エネルギー変換効率が10%から20%未満と悪くコスト面などにより適用される用途が限られている。一方、エネルギー変換効率に優れている半導体レーザ装置は、高出力化、信頼性の向上が進み、表面処理技術に適用できれば、生産コストや省エネからも有用である。このような背景から、本研究では、半導体レーザを用いた3つの表面硬化処理法（レーザ焼入れ法、レーザクラディング法、レーザボロナイジング法）により炭素鋼表面に高機能の硬化層形成を行い、その硬化層の構造および特性を求め、併せて熱伝導解析シミュレーションにより焼入硬化層深さの予測法を行い、従来の処理法と比較してエネルギー変換効率に優れた表面硬化処理法を確立している。以下に本研究で得られた主な知見を示す。

機械構造用炭素鋼棒（S45C）、炭素工具鋼棒（SK4）、マルテンサイト系ステンレス鋼棒（SUS440C）に対して半導体レーザ焼入れを行い、焼入硬化層の組織、硬さ、硬化層深さに及ぼすレーザ出力、レーザ照射速度、オーバーラップ比率などのレーザ照射条件を調べている。焼入硬化層深さはレーザ出力の増大と共に、ほぼ直線的に増加し、レーザ照射速度を速くすると焼入硬化層深さは減少し、オーバーラップ比率を増加すると共に均一な硬化層を形成したが、そのビッカース硬さは低下することを明らかにしている。本研究では高硬度な焼入硬化層を形成することができる半導体レーザ焼入れ法を確立して、炭素鋼の焼入硬化層の硬化深さ、硬さに対してレーザ照射条件が影響を与えることを明らかにしている。半導体レーザ焼入れ法がYAGレーザやCO₂レーザによる表面焼入処理と比較して、エネルギー変換効率に優れた処理法であることを実証している。

表面焼入れは、完成品の被処理材に対して局所的に硬化層を形成する用途が多く、炭素鋼の半導体レーザ焼入れにおける硬化層深さを予測する熱伝導解析シミュレーション法の開発は必須である。本研究では有限要素法を用いた三次元非定常熱伝導解析により、レーザ照射した炭素鋼の温度分布・変化を計算し、半導体レーザ焼入れにおける炭素鋼の表面焼入硬化層深さを予測するプログラムを開発している。炭素鋼棒の3-D FEMモデル断面の熱伝導解析シミュレーションから求めた最高到達温度と、表面焼入硬化層深さの関係を求めている。±50 μmの誤差の範囲でレーザ焼入れによる焼入硬化層深さと熱伝導解析シミュレーションにより求めたA_{c1}変態点温度以上を示す温度域に相関があることを明らかにしている。熱伝導解析シミュレーションにより求めた機械構造用炭素鋼の最高到達温度がA_{c1}変態点以上を示す領域は、焼入硬化層の形成領域と一致しており、熱伝導解析シミュレーションは機械構造用炭素鋼の半導体レーザ焼入れでの硬化層深さの予測に有用であることを実証している。

Ni基自溶合金粉末は耐摩耗性、耐食性に優れており、溶射法により機械部品などの摩耗防止などに適用されているが、フュージングによる再溶融処理が必要であり、作業時間などに課題がある。この課題を解消するため、連続粉末供給方式の半導体レーザクラディング法によりNi基自溶合金皮膜の作製を行い、皮膜構造、皮膜特性に及ぼすレーザ照射条件の影響に関して調べている。Ni基自溶合金皮膜の構造は、成膜する炭素鋼管の回転方向により変化を示し、粉末供給方向と同じ順方向で成膜したNi基自溶合金皮膜は均一構造となることを明らかにしている。粉末供給ノズル角度を減少させると共に成膜厚さは増大し、粉末供給ノズル角度45°において形成される皮膜のビッカース硬さは高く、緻密構造膜が得られることを明らかにしている。半導体レーザクラディング法により形成したNi基自溶合金皮膜の構造は、粒子径の減少と共に緻密となり、鋼管に対して良好な密着状態であり、欠陥部の少ない皮膜を得ている。Ni基自溶合金皮膜のビッカース硬さは半導体レーザの出力が増大すると共に向上する傾向を示し、また、レーザ照射速度を遅くし、オーバーラップ比率を増加すると、ビッカース硬さが増加することを明らかにしている。レーザビーム形状の異なる半導体レーザ装置においてもレーザ出力、レーザ照射速度、オーバーラップ比率を高精度に調整することで、炭素鋼管表面に高機能のNi基自溶合金皮膜を得ている。このように皮膜構造、皮膜特性に及ぼすレーザ照射条件を明らかにすることで、短時間での緻密構造膜の形成が可能となる半導体レーザクラディング法を確立し、作製時間、コストにおける有用性を実証している。

塩浴法などによる従来のボロナイジング法による成膜プロセスは、高温、長時間処理になるため基盤材料の特性劣化などの課題があった。その課題を解決するため、本研究では半導体レーザボロナイジング法によりステンレス鋼表面に対して耐摩耗性に優れた硼化物層を形成する成膜実験を行い、皮膜構造、皮膜特性に及ぼす半導体レーザ照射条件の影響に関して調べている。19.77mass%B-Fe合金粉末のレーザボロナイジング処理によってステンレス鋼表面に形成した硼化物層は、貫通クラック、介在物が認められ、この欠陥部防止のためB₂O₃粉末を混合して成膜実験を行った結果、高硬度で緻密構造の硼化物層を得ている。また、ステンレス鋼管表面においても高硬度の硼化物層を形成することができている。基盤材料のひずみ、応力による変形を最小限にとどめる半導体レーザボロナイジング法を確立し、形成した硼化物層の優れた耐摩耗性を実証している。

上述したように、本研究の成果で最も特筆すべきことは、従来のYAGレーザやCO₂レーザと比較してエネルギー損失の少ない半導体レーザを用いた表面硬化処理法を確立し、その硬化層に及ぼすレーザ出力、レーザ照射速度、オーバーラップ比率などのレーザ照射条件の関係を明らかにすることで、低コストで高硬度・耐摩耗性の機能を有する材料の作製が可能となったことである。

以上、提出された論文の研究成果に対し、慎重に審査を行なった結果、本研究で得られた知見は学術的にも工業的にもきわめて有意義であり、博士（工学）の学位論文として十分に価値があるものと認めた。