



Title	半導体レーザを用いた入熱制御による低希釈・低熱影響Ni基合金皮膜形成に関する研究
Author(s)	谷川, 大地
Citation	大阪大学, 2017, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/61753
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

博士学位論文

半導体レーザを用いた入熱制御による
低希釈・低熱影響 Ni 基合金皮膜形成に関する研究

谷 川 大 地

2017 年 1 月

大阪大学大学院工学研究科

目次

第1章 序論

1.1 本研究の背景	1
1.2 本研究で用いる材料である Ni-Cr-Si-B 合金皮膜の特徴	6
1.3 レーザと金属材料の相互作用	7
1.4 金属粉の特徴	12
1.5 本研究の目的及び構成	13
参考文献 (第1章)	16

第2章 集光点におけるレーザビームプロファイルが皮膜特性に与える影響

2.1 はじめに	21
2.2 実験方法	22
2.3 実験結果および考察	24
2.3.1 一回掃引による皮膜形成	24
2.3.2 複数回レーザ掃引による皮膜形成結果	26
2.3.3 高速度カメラによるレーザ掃引時の粉末の溶融挙動観察	33
2.3.4 皮膜特性改善のための銅スリットを用いたビーム整形	37
2.4 まとめ	40
参考文献 (第2章)	42

第3章 集光点におけるレーザビームの強度分布制御のための集光光学系開発

3.1 はじめに	43
3.2 レーザスポット重畳によるフラットトップビームの形成概念	44
3.3 フラットトップビーム集光光学系の設計	47
3.4 集光光学系の評価	49
3.5 開発したレーザの評価	52
3.6 まとめ	53
参考文献 (第3章)	54

第4章 フラットトップビームによる粉末の凝集の抑制	
4.1 はじめに	55
4.2 実験方法	56
4.3 実験結果および考察	59
4.3.1 1回掃引による皮膜形成	59
4.3.2 高速度カメラによる粉末の溶融挙動観察	65
4.3.3 複数回レーザ掃引による皮膜形成結果	66
4.3.4 集光点におけるレーザビームの強度分布が皮膜に与える影響	77
4.4 まとめ	79
第5章 粉末の粒径が皮膜形成に必要な入熱量に与える影響	
5.1 はじめに	81
5.2 実験方法	83
5.3 実験結果および考察	86
5.3.1 粉末の粒径が皮膜形成に必要な入熱量に与える影響(1回掃引)	86
5.3.2 粉末の粒径が皮膜形成に必要な入熱量に与える影響(複数回掃引)	93
5.3.3 粉末の粒径が熱影響部に与える影響	100
5.4 まとめ	105
参考文献 (第5章)	107
第6章 結論	109
謝辞	113
業績目録	114

第1章 序論

1.1 本研究の背景

近年の地球資源・環境問題の高まりとともに、製鉄、プラントなどの産業機械、航空機、自動車、鉄道などの輸送機器から、微細エレクトロニクス電子機器、医療用精密装置まで多くの産業分野で、工業製品の小型・軽量化、省エネ・省資源化の要求が激しさを増してきており、それらの材料に対して付加価値の高い機能を効率的に付与することのできる表面処理技術が必要とされている。これらの表面処理技術として、焼入れ、浸炭やピーニングなどによる表面改質技術がある¹⁻³⁾。これらの手法では、材料表面の組織を改質することにより性能の向上が行われるが、材料固有の性能以上の特性を発揮させることはできない。このため、更なる性能の向上が必要となるような過酷な環境下においては、異種材料を材料表面に溶着させることによる改質が行われる。このような異種材料を溶着させる表面処理の分類を Fig.1.1 に示す。一般的に異種材料を付与する表面改質技術として、めっきや溶射法といった機械的接合による皮膜形成手法⁴⁻⁶⁾とアーク溶接、プラズマ粉体肉盛⁷⁾およびレーザクラディング⁸⁻¹⁰⁾といった熔融接合による皮膜形成法に分類される。めっきや溶射法は高速で大面積への皮膜形成に有利であるが、めっき法では有害な廃液の処理が必要といった問題がある。溶

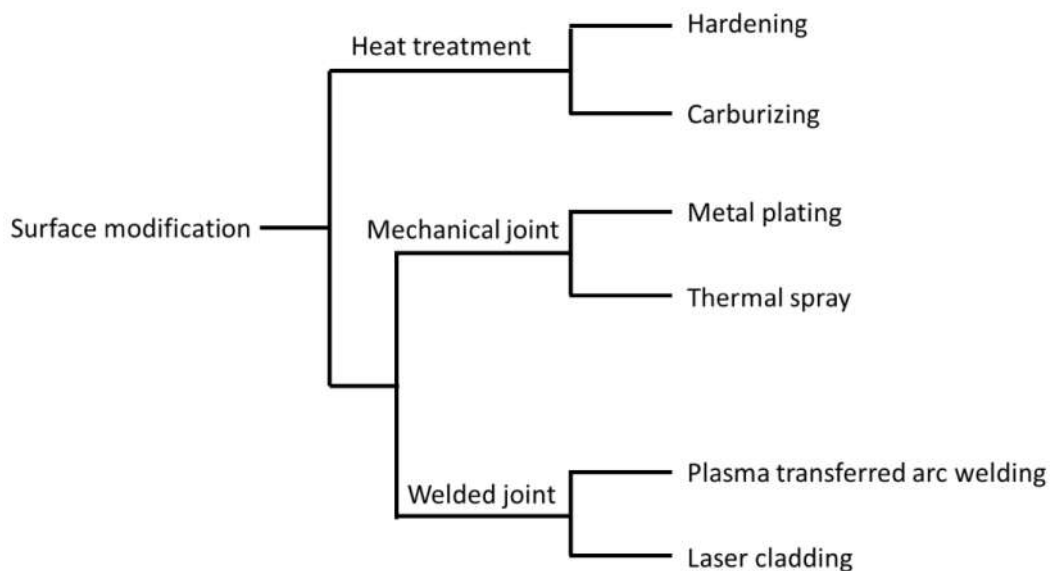


Fig. 1.1 Surface modification techniques.

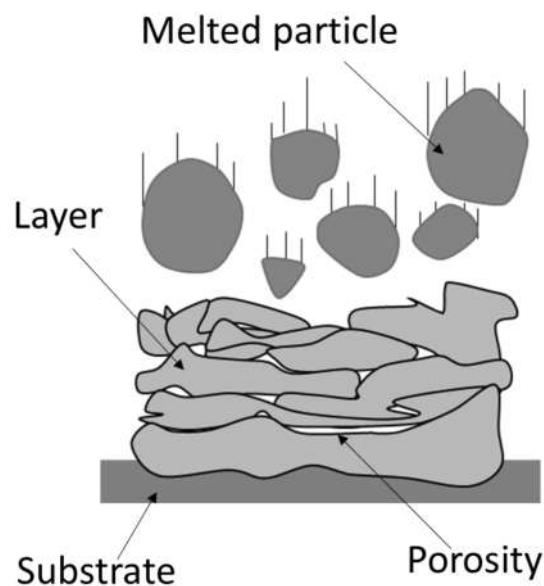


Fig. 1.2 Schematic diagram of thermal spray.

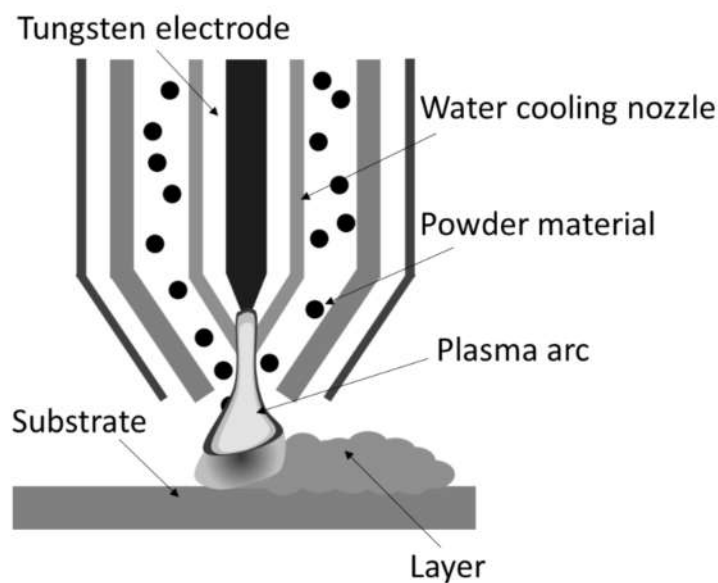


Fig. 1.3 Schematic diagram of plasma transferred arc welding.

射法は Fig. 1.2 に示すように金属およびセラミックス材料を溶融させ基板に衝突させることで、皮膜を形成する手法であるが、この手法では皮膜と基板間では金属間結合が形成されずアンカー効果による機械的接合によって皮膜が接合されるため、基板との密着性が悪く剥離しやすく、緻密な皮膜が形成しにくいといった問題がある。これに対して、溶融接合による皮膜形成法では、皮膜と基板

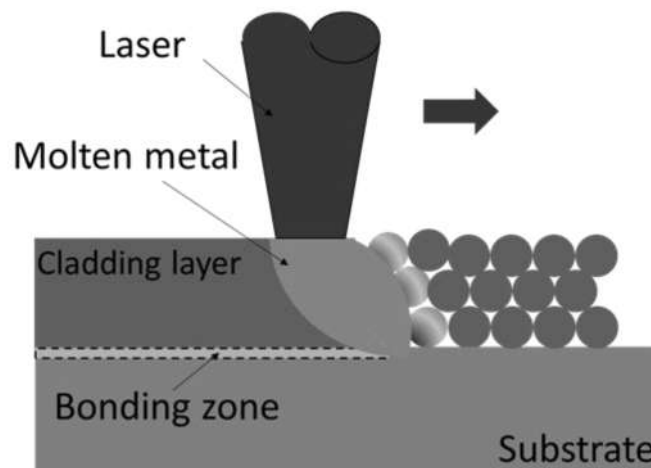


Fig. 1.4 Schematic diagram of laser cladding.

が熔融し金属間結合により接合されるため密着性が良好な皮膜形成が可能である。Fig. 1.3 に示すようなアーク溶接およびプラズマ粉体肉盛溶接は熱源としてアークを利用しており、厚膜の形成に適用されてきたが、入熱量が大きいため基板の熱影響が大きいといった問題や、熔融した母材の皮膜への混入（希釈）が発生するため皮膜の特性が低下するといった問題がある。そこで、本研究では、Fig. 1.4 に示すようなレーザを熱源として皮膜を形成するレーザクラッディング法に着目した。

レーザクラッディングは、集光性が優れパワー密度が高く、入熱の精密な制御が可能であるといった特徴を有するレーザを用いるため、基材への投入熱量を小さくすることが可能となる。このため、レーザクラッディングでは母材の熱影響が小さく、希釈が少ない良好な皮膜を形成することが可能となる¹¹⁻¹⁴⁾。2000年ごろまではレーザ光源としてCO₂レーザがおもにレーザとして用いられていた¹⁵⁻¹⁹⁾。主に、レーザ出力や粉末の供給量とビード形状、希釈率などについて報告されている。荒木らは粉末を有機溶剤に溶かして基材に塗布し、1200 WのCO₂レーザを用いて皮膜を形成した結果を報告している¹⁸⁾。この報告によると、ウィービングにより大面積の皮膜形成が可能であり、バインダーによる炭素量の増加などは認められないと報告している。また廣瀬らは粉末供給法を使用してCo基合金皮膜を形成した結果を報告している¹⁹⁾。レーザは10 kWのCO₂レーザを用いており、自動供給装置を使用して粉末を基材へ供給している。この報告によると、粉末を熔融池前方に供給することで高い溶着効率が得られるこ

と、また基材の溶融過程はクラディング層を介した熱伝導型になることを報告している。近年は、ファイバーレーザや半導体レーザを用いた研究報告が増加している²⁰⁻²³⁾。これらのレーザは CO_2 レーザと比較して入熱の制御性が高くなっていること、および金属材料の吸収率が高いといった点からより高品質な皮膜形成が可能となると期待される。一般的に近年のレーザクラディングに関する研究は、吸収率の増加といった利点から、Fig. 1.5 に示すように大きな溶融池を形成してそこに粉末を供給して皮膜形成を行うといったプロセスが主流となっている²⁴⁻²⁶⁾。この手法では成膜速度が高く、厚膜が形成可能である。しかしながら、基材へ直接レーザが照射されるため PTA などと比較すると低希釈な皮膜が形成可能であるが、比較的希釈が大きくなりやすく、基材への熱影響も高くなりやすいといった問題がある。そこで、本研究では半導体レーザを用いて粉末静置法によるレーザクラディングを行う。粉末静置法ではレーザが直接基板に照射されないため、希釈や熱影響の低減が可能であると期待される。また、 CO_2 レーザと異なり、レーザ出力の制御性が高いといった利点からこれまでの粉末静置によるレーザクラディングより性能の優れた皮膜形成が可能であると期待される。先述したように粉末静置によるレーザクラディングに関する研究は CO_2 レーザを用いた結果が報告されているが、粉末の溶融挙動については調べられていない。低希釈で熱影響の小さな皮膜を形成するためには、粉末の溶融挙動を制御することが重要であると考えられる。粉末の溶融挙動に影響を与えるプロセスパラメータとして、集光点におけるレーザの空間プロファイル、レーザのパワー密度、入熱量、オーバーラップ率がある。また、材料のパラメー

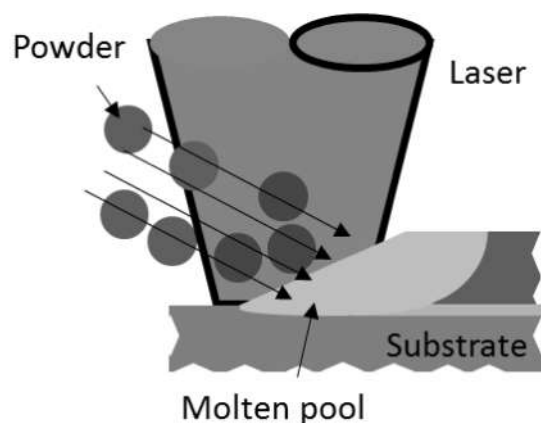


Fig. 1.5 Laser cladding with powder feeding

タとして粉末を用いるため粒径が挙げられる。特に、集光点におけるレーザの空間プロファイルはレーザクラディングにおいて非常に重要であると考えられる。これは、レーザの空間プロファイルが一様でないと、粉末の凝集が生じ良好な皮膜形成が困難となる可能性があるためである。荒木らの報告⁸⁾では、粉末をあらかじめ有機溶剤で固めて皮膜形成を行っているが、ビードの周囲の静置された粉末が皮膜に巻き込まれており、基板が露出していることが示唆されている。また、この報告ではレーザのプロファイルが示されていない。このような点から集光点におけるビームプロファイル制御が皮膜形成において重要であると考えられるが、ビームプロファイルと粉末の溶融挙動の相関に関する報告は行われていない。また、レーザの空間プロファイル制御を行うのみでは、基板への希釈の発生や濡れ不足による表面粗さの増大などを生じさせる可能性がある。このため、レーザクラディングにおいて希釈が小さな皮膜を形成するためには、レーザの集光点における空間プロファイル制御に加えて、レーザのパワー密度、入熱量やオーバーラップ率といったパラメータの制御が必要である。また、皮膜材料として金属粉末を用いるため、使用する粉末粒径の制御を行うことで、皮膜形成に必要な入熱量を低減し基板への熱影響の低減が可能となると期待される。これまでに、粉末の粒径が皮膜形成に必要な入熱量に与える影響は明らかにされていない。そこで、本研究では皮膜の希釈が小さく、かつ基板への熱影響が小さな皮膜を形成するために、上述のパラメータがレーザクラディングにおける粉末の溶融挙動および皮膜特性に与える影響を調べる。これまでに最大の皮膜厚さとして、1 mm 程度の皮膜が静置法で形成されている¹⁸⁾。しかしながら静置する粉末層が厚くなると、皮膜形成に必要な入熱量が増大してしまい、基板の熱影響部が大きくなると考えられる。熱影響を小さくするためには、1 層あたりの厚みを薄くすることが重要である。切削工具や金型部品への応用としては、200 μm の厚さが必要と考えられる²⁷⁾。そこで本研究では、静置する粉末厚さは本研究では 200 μm で一定とした。

1.2 本研究で用いる材料

本研究では 304 型ステンレス鋼および機械構造用炭素鋼 S45C を基板材料として用いた。これらは、一般的に様々な機械部品に用いられるが、耐摩耗性や耐腐食性が低いため、耐摩耗・耐腐食コーティングが必要となっている。耐摩耗性材料として、Co 基合金である Stellite 系合金²⁸⁾や Ni-Cr-Si-B 合金²⁹⁾等が挙げられる。Ni-Cr-Si-B 合金は、融点が 1000℃程度と Stellite 系合金と比較して低く、また濡れ性も優れるため、低入熱で皮膜形成が可能であると考えられる。そこで本研究では、皮膜材料として Ni-Cr-Si-B 合金を用いた。Table 1 に本研究

Table1 Composition of Ni-Cr-Si-B alloy powder

Material	Chemical composition (wt%)					
	Ni	Cr	Si	B	Fe	C
Ni-Cr-Si-B alloy powder	Bal.	16.3	4.3	3.3	4.2	0.9

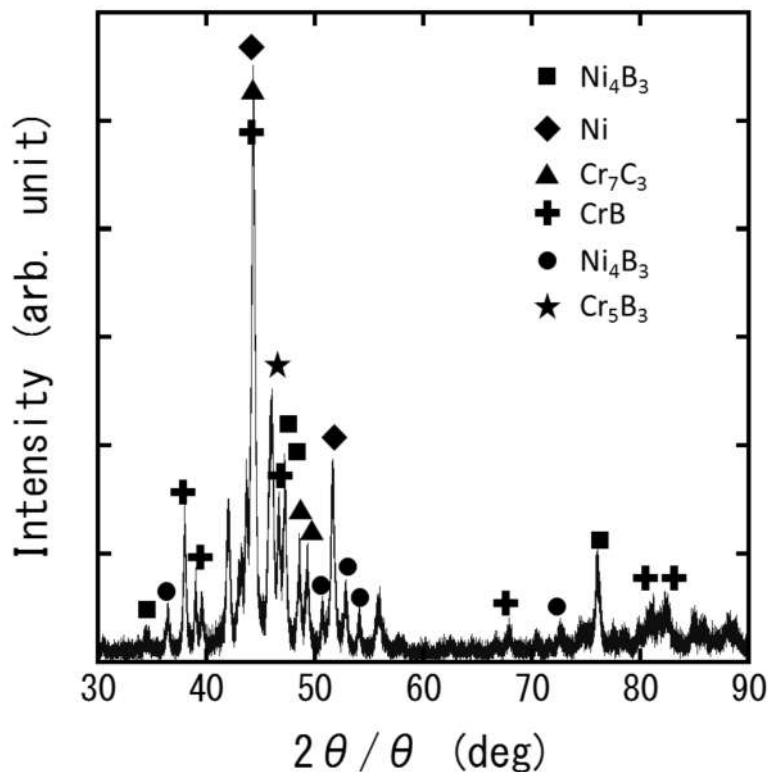


Fig. 1.6 X-ray diffraction patterns of Ni-Cr-Si-B alloy

で使用した Ni-Cr-Si-B 合金の成分表を示す。Ni-Cr-Si-B 合金は耐摩耗・耐腐食性に優れる材料で金型部品²⁷⁾やエンジンバルブ³⁰⁾などに使用されている。Fig. 1.6 に材料粉末の X 線回折パターンを示す。このパターンから分かるように、Ni をマトリックスとして Cr 炭化物、Cr ホウ化物など様々な硬質な析出物が存在するため硬度が高いが、Fe の濃度が高くなるとこれらの析出物が減少するため³¹⁾ 希釈を抑制した皮膜を形成することが重要である。

1.3 レーザと金属材料の相互作用

一般的に Fig. 1.7 に示すように金属材料の光吸収率は波長によって変化し、短波長になるほど吸収率は増加する。これは、光に対する物質の応答の起源は、Fig. 1.8 に示すように電磁波である光が物質中の荷電粒子を運動させることによるものであり、この荷電粒子の応答は電磁波の周波数によって変化するためである³²⁾。金属に光が照射されると金属中に振動電界が発生し、この電界を受けて自由電子が加速され集団的に運動する。一般的に金属材料は加速された自由電子が原子と衝突することで格子振動を発生させ熱エネルギーとなる。このため、光と金属材料の相互作用すなわちレーザと金属材料の相互作用を考えるためには、電界を受けた金属中の自由電子の振る舞いを考えることになる。金属

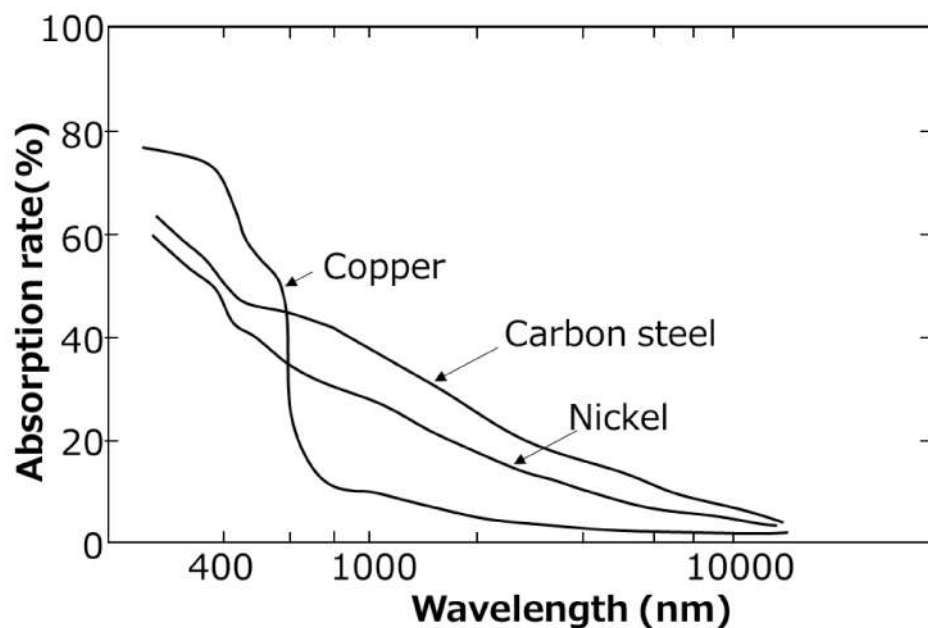


Fig. 1.7 Absorption rate of laser beam with several materials.

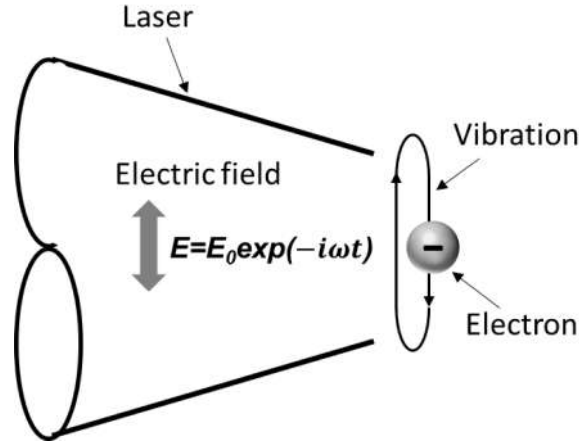


Fig. 1.8 Schematic diagram of laser and electron interaction.

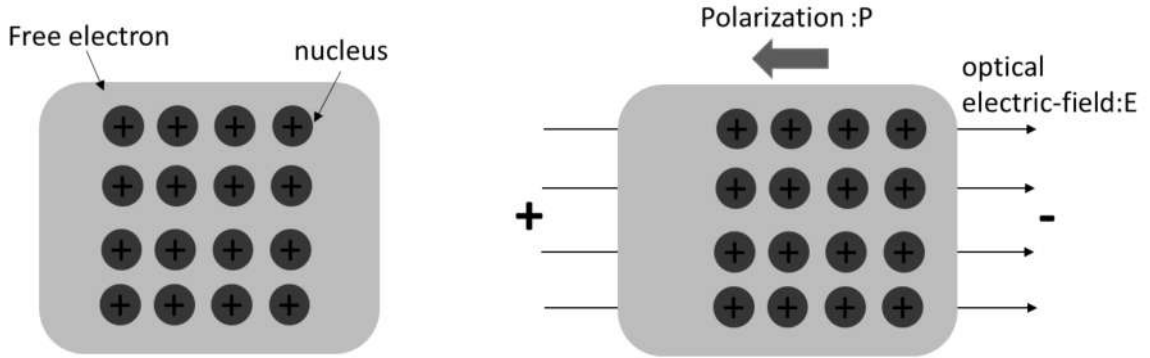


Fig. 1.9 (a) Schematic diagram of free electron of metal. (b) Schematic diagram of polarization of metal.

材料では、Fig. 1.9(a)に示すように構成している原子が外殻電子を放出して非局在化しており、自由電子雲と呼ばれる状態となっている³³⁾。この自由電子雲にレーザが照射されると、Fig. 1.9(b)に示すように自由電子雲と原子核の位置が相対的にずれ、電子分極 P が生じる。このときの自由電子の古典的な運動方程式は次式のようになる。

$$m^* \frac{d^2 u}{dt^2} + \frac{m^*}{\tau} \frac{du}{dt} = qE \quad (1.1)$$

ここで、 m^* は電子の有効質量、 u は電子の変位量、 t は時間、 τ は電子の散乱の緩和時間（摩擦項）、 q は電荷、 E はレーザ光の電場である。左辺第2項は電子と金属の散乱、すなわち摩擦による減衰を表す項である。ここで、レーザ光

の角周波数を ω とすると、電子は外部のレーザ光の電場によって強制的に振動するので、電子の位置を $u = u_0 \exp(-i\omega t)$ 、電場 E を $E = E_0 \exp(-i\omega t)$ と表すことができる。すると式(1.1)は次式のようになる。

$$\left(-m^* \omega^2 - \frac{im^* \omega}{\tau}\right) u_0 \exp(-i\omega t) = q E_0 \exp(-i\omega t) \quad (1.2)$$

この式より、電子の変位 u は

$$u_0 = -\frac{q}{m^*} \frac{1}{\omega(\omega + \frac{i}{\tau})} E_0 \quad (1.3)$$

と光の角周波数 ω の関数で表される。

ここで、振動子密度を N とすると、自由電子による分極は $P = -qNu$ と表されることから、分極は

$$P = -\frac{Nq^2}{m^*} \frac{1}{\omega(\omega + \frac{i}{\tau})} E_0 \quad (1.4)$$

となる。ここで、レーザ光による電界 E が照射された際の金属中の電束密度 D は次式で表される。

$$D = \varepsilon_0 E + P = \varepsilon_0 \varepsilon_r E \quad (1.5)$$

ここで、 ε_0 は真空の誘電率、 ε_r は複素誘電率である。式(1.5)に式(1.4)を代入すると、

$$D = \varepsilon_0 E_0 - \frac{Nq^2}{m^*} \frac{1}{\omega(\omega + \frac{i}{\tau})} E_0 \equiv \varepsilon_0 \varepsilon_r E \quad (1.6)$$

となる。この結果、 ε_r は

$$\varepsilon_r = 1 - \frac{Nq^2}{m^*\varepsilon_0} \frac{1}{\omega\left(\omega + \frac{i}{\tau}\right)} \quad (1.7)$$

となる。ここで、金属中の自由電子雲は原子核とのプラズマであると考えることが可能であるため、次式に示すプラズマ振動数 ω_p

$$\omega_p^2 = \frac{Nq^2}{m^*\varepsilon_0} \quad (1.8)$$

を式(1.7)に代入すると、

$$\varepsilon_r = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega\left(\omega + \frac{i}{\tau}\right)} \quad (1.9)$$

と複素誘電率が表される。式(1.9)はドルーデの式という。ここで、複素誘電率をレーザ光の波長で表すと次式のようになる。

$$\varepsilon_r = 1 - \frac{\omega_p^2}{\frac{2\pi c}{\lambda} \left(\frac{2\pi c}{\lambda} + \frac{i}{\tau}\right)} \quad (1.10)$$

ここで、レーザ光が垂直入射した場合の反射率 R は複素誘電率 ε_r を用いて次式のように表される。

$$R = \left| \frac{\sqrt{\varepsilon_r} - 1}{\sqrt{\varepsilon_r} + 1} \right|^2 \quad (1.11)$$

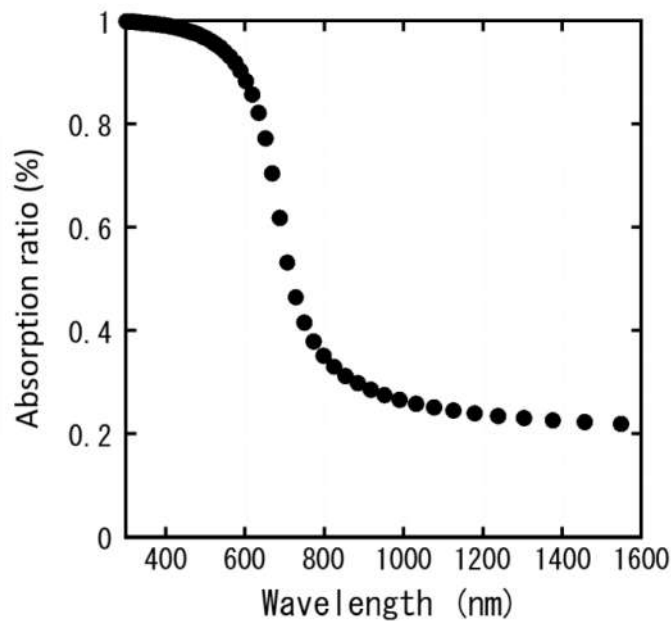


Fig. 1.10 Absorption ratio at various wavelength.

この時、摩擦項である τ が存在しない場合は式(1.9)より、レーザの振動数がプラズマ振動数以下の場合、誘電率が負の実数となるため反射率 R は1となる。しかしながら、一般的に金属は有限の τ を持つため、誘電率が複素数となり光の反射率が1を下回り、光の吸収が生じる。Fig. 1.10 にプラズマ振動数が波長換算で 680 nm、電子の散乱の緩和時間を 6.5×10^{-15} s として計算した際の光の反射率を示す。これは、Ni の物性値を模擬したものである。この結果から、光の波長が短くなれば反射率が低下することが分かる。これは、光の波長が短くなると振動数が大きくなるため、電子が原子によって散乱される回数が大きくなるためである。レーザ加工において、光の吸収率は高い方が加工効率も高くなるため、この結果から短波長のレーザが加工には有効であることが示された。そこで、本研究では溶融加工を行うことが可能である平均出力を有するレーザの中で最も波長が短い半導体レーザを用いた。

1.4 金属粉の特徴

レーザ光が金属に入射すると、上述したように自由電子によって反射される。この時、材料表面が鏡面ではない場合は入射光が様々な方向に反射される(乱反射)。このため、金属粉末にレーザ光が入射すると Fig. 1.11 に示すように、周囲の粉末に繰り返し相互作用することになるため、レーザ光の吸収率が増加すると考えられる。Fig. 1.12 に本研究に用いる Ni-Cr-Si-B 合金の粉末及びバルク材の反射率を示す。この結果から分かるように、バルク材では反射率が約 68%であるのに対して、粉体を用いると反射率が 30%程度まで低下することが分かる。このことから、粉体を用いると乱反射により吸収率が高くなるため光-熱エネルギー変換効率が高くなる。

金属粉末は非常に熱伝導率が低いことが知られている³³⁻³⁶⁾。これは、金属粒子間の接触面積が小さいため、熱伝導が主に空気を介して行われるためである。Gusarov らの計算によると、金属粉末の熱伝導率は材料の物性に依存せず、雰囲気ガス、粒子の充填率および粒径によって定まるとしている。実験的に測定された様々な金属粉末の熱伝導率は、Gusarov らのモデルによく一致しており、値として 0.02~0.1 W/mK 程度となっている。本研究で用いる Ni-Cr-Si-B 合金のバルク材における熱伝導率は 20 W/mK 程度であることから、金属粉末はバルク材と比較して非常に熱伝導率が低いことが分かる。このため、粉末が溶融するまでレーザ照射による熱の拡散がほとんど生じないと考えられる。上述した乱反射による吸収率の増大および熱伝導率の低下の効果から、金

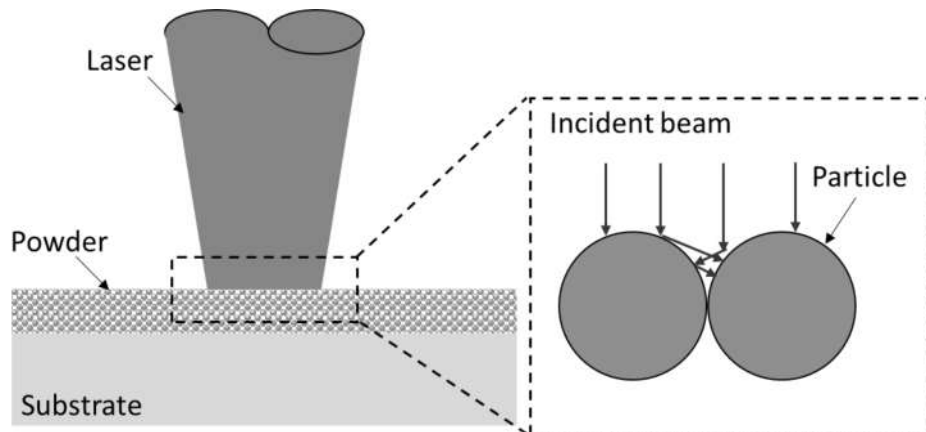


Fig. 1.11 Schematic diagram of diffuse reflection of metal powder.

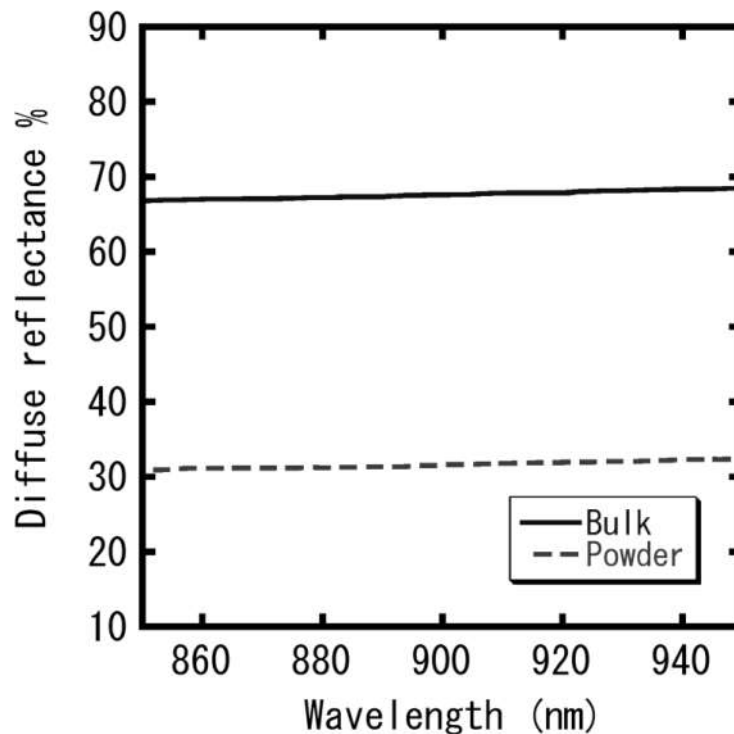


Fig. 1.12 Reflectance of material.

属粉末を用いたレーザクラディングはエネルギー効率が高い加工であると考えられる。

1.5 本研究の目的及び構成

本研究では、半導体レーザを用いて Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼および機械構造用炭素鋼 S45C 基板上に形成する。具体的には、レーザ強度が一樣でないダイレクトダイオードレーザを用いて皮膜形成を行い、集光点におけるレーザの空間プロファイルが皮膜特性に与える影響を明らかにする。次に、先述した実験結果をもとにファイバカップル半導体レーザを用いたフラットトップ型のラインビームを形成する集光光学系の設計、開発し、集光点におけるビームプロファイルが皮膜特性に与える影響を明らかにする。次に、フラットトップ型のラインビームを用いて皮膜形成を行う際の、レーザのパワー密度や入熱量およびオーバーラップ率が皮膜特性に与える影響を明らかにする。さらに、材料粉末の粒径が皮膜の形成条件に与える影響を明らかにし、基板の熱影響部の低減を行う。

本論文は結論を含めて全 6 章で構成される。Fig. 1.13 に本論文の流れを図示

する。

第 1 章は本章であり、本研究の背景および目的について述べている。

第 2 章では、集光点におけるレーザの空間プロファイルが皮膜特性に与える影響を明らかにするために、市販のレーザ強度が一樣でないダイレクトダイオードレーザを用いて皮膜形成を行った。この時、粉末の溶融挙動を高速度カメラによって観察することで、集光点のレーザの強度が一樣でないと、粉末の凝集が生じてしまい、皮膜の希釈および表面粗さの増加を招くことを明らかにした。銅のスリットを用いてレーザの強度が一樣でない領域をカットすることで、良好な皮膜を形成するためには粉末の凝集を抑制することが有効であることを示した。

第 3 章では、第 2 章で得られた結果をもとに、フラットトップ型のラインビームを形成するための集光光学系の設計・開発を行い、集光点におけるレーザの強度分布を評価した。

第 4 章では、第 3 章で得られた集光光学系を用いて皮膜を形成した。この時、高速度カメラを用いて粉末の溶融挙動を観察することで、集光点におけるレーザの強度分布を制御し、フラットトップ型のラインビームを用いることで粉末の凝集を抑制することが可能であることを明らかにした。また、形成された皮膜の希釈が低減し、表面粗さが小さな皮膜が形成されたことから、粉末の凝集を抑制することが良好な皮膜を形成するためには必要であることを明らかにした。さらに、レーザのオーバーラップ率、パワー密度および入熱量が皮膜の表面粗さ、および希釈に与える影響を明らかにした。

第 5 章では、より基板の熱影響を低減するために、より低入熱で皮膜を形成するためには粉末の粒径の制御が重要であることを指摘し、3 種類の粒度分布を有する粉末を使用して、成膜を行った。この結果、粒径の小さな粉末を用いて皮膜を形成すると、皮膜形成に必要な入熱量を低減することが可能であることを明らかにした。その結果、小さな粒径の粉末を用いることで基板への熱影響部の形成を低減することが可能であることを明らかにした。

第 6 章は結論であり、本研究で得られた結果を統括している。

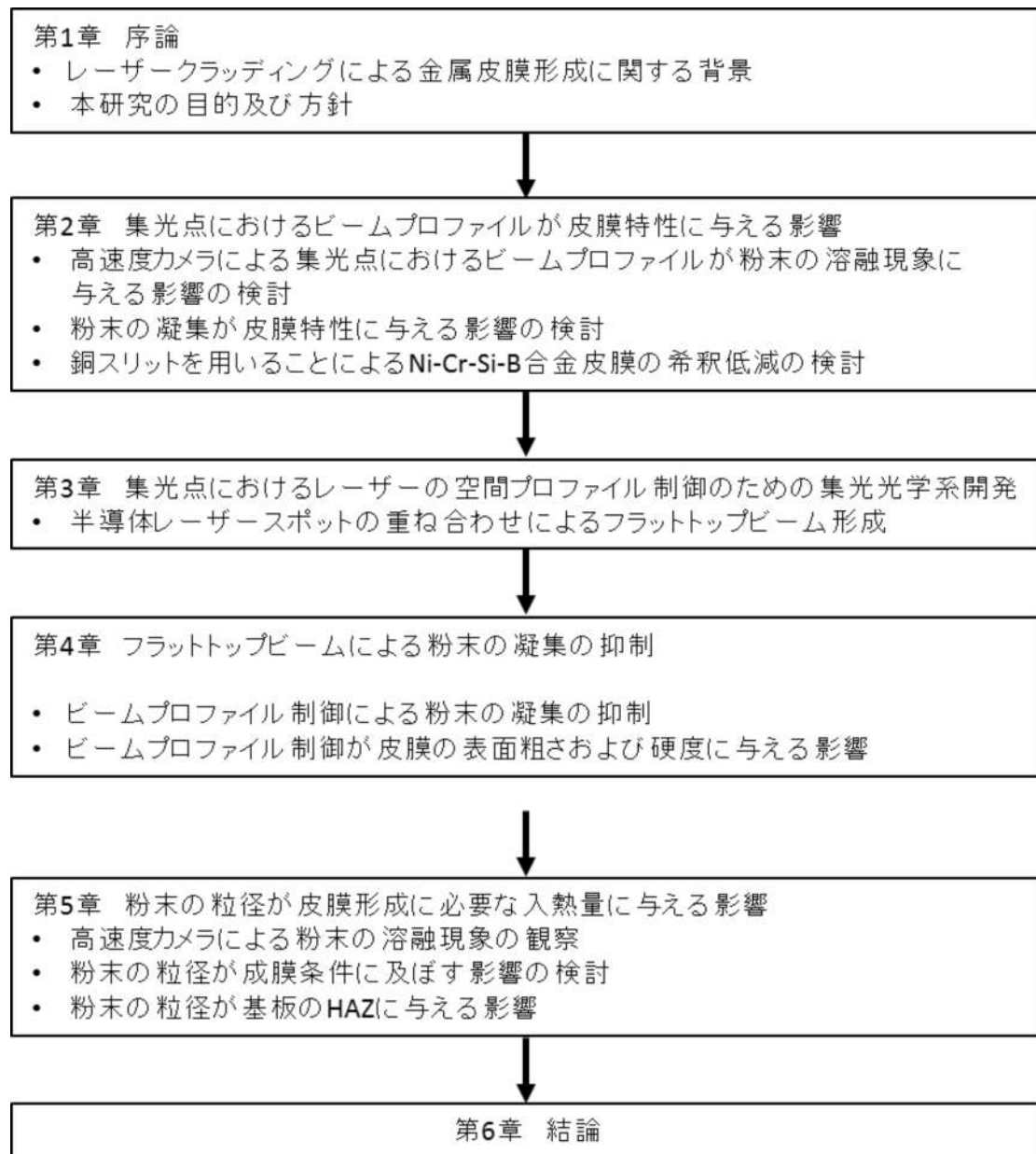


Fig. 1.13 Flow chart of this study.

参考文献（第 1 章）

- 1) 不二越熱処理研究会, “新・知りたい熱処理”, ジャパンマシニスト社 (2001)
- 2) A. Rabiei, D.R. Mumm, J.W. Hutchinson, R. Schweinfest, M. Ruhle and A.G. Evans, “Microstructure, deformation and cracking characteristics of thermal spray ferrous coatings”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 269 (1999), 152-165
- 3) A. Gatto, E. Bassoli and M. Fornari, “Plasma Transferred Arc deposition of powdered high performances alloys”, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 187 (2004), 265-271
- 4) A. S. Khanna, S. Kumari, S. Kanungo, A. Gasser, “Hard coatings based on thermal spray and laser cladding”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Vol. 27. (2009), 485-491.
- 5) 黒田聖治, 渡邊誠:溶射サーメット(WC-Co)皮膜の組織と特性, 高温学会誌, 36. (2010), 254-263
- 6) O. A. Leon, M. H. Staia and H. E. Hintermann, “Deposition of Ni-P-BN(h) composite autocatalytic coatings”, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 108 (1998), 461-465
- 7) A. Gholipour, M. Shamanian and F. Ashrafizadeh, “Microstructure and wear behavior of stellite 6 cladding on 17-4 PH stainless steel”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 509 (2011), 4905-4909
- 8) G. Xu, M. Kutsuna, Z. Liu and K. Yamada, “Comparison between diode laser and TIG cladding of Co-based alloys on the SUS403 stainless steel”, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 201 (2006), 1138-1144
- 9) F. Luo, J. Yao, X. Hu, and G. Chai, “Effect of laser power on the cladding temperature field and the heat affected zone”, *Journal of Iron and Steel Research International*, Vol. 18, No. 1 (2011), 73-78
- 10) J. M. Pelletier, F. Oucherif, P. Sallamand and A. B. Vannes, “Hadfield steel coatings on low carbon steel by laser cladding”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 202 (1995), 142-147
- 11) J. D. Kim and Y. Peng, “Plunging method for Nd : YAG laser cladding with

- wire feeding”, Optics and Lasers in Engineering, Vol. 33, No.4 (2000), 299-399
- 12) S. Barnes, N. Timms, B. Bryden and I. Pashby, “High power diode laser cladding”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 138 (2003), 411-416
 - 13) T. Baldrige, G. Poling, E. Foroozmehr, R. Kovacevic, T. Metz and V. Kadekar, “Laser cladding of Inconel 690 on Inconel 600 superalloy for corrosion protection in nuclear applications”, Optics and Lasers in Engineering, Vol. 51 (2013), 180-184
 - 14) M.C. Gupta I. Tabernero, A. Lamikiz, E. Ukar, L. N. López, C. Angulo and G. Urbikain, “Numerical simulation and experimental validation of powder flux distribution in coaxial laser cladding”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 210, (2010) 2125–2134
 - 15) 廣瀬明夫,小谷英毅,小林紘二郎,” Ni-Cr-Al-Y 合金レーザクラッディングによる材料表面の機能化 “,鉄と鋼, Vol. 79, (1992) 105-112
 - 16) 益本功,伊藤昭彦,伊藤圭介,本多啓三,牧野吉延,黒川和宏,小走利男, “粉末自動供給系を用いたレーザクラッディング”, 溶接学会全国大会講演概要 第 43 集, 294-295
 - 17) 板倉克仁,藤森聡史,宮本勇, “クラッド層形成メカニズムの解析 -レーザクラッディングに関する基礎的研究 (第 2 報)-”, 溶接学会全国大会講演概要 第 59 集, 382-383
 - 18) 岩本博之,澄川貴司,西田耕一,西田稔,荒木孝雄, “粉体塗布レーザクラッディング法による NiCrAlY 皮膜の形成”, 溶接学会論文集 Vol. 15, (1997) 267-271
 - 19) 廣瀬明夫,河野渉,野村大吉,小林紘二郎, “粉末送給法を用いたレーザクラッディングによる耐摩耗皮膜の形成”, 鉄と鋼, Vol. 78, (1992) 81-88
 - 20) M. D. Silva, K. Partes, T. Seefeld and V. Vollertsen, “Comparison of coaxial and off-axis nozzle configurations in one step process laser cladding on aluminum substrate”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 212, (2012), 2514-2519

- 21) H. Yongjun and Z. Xiaoyan, "Investigation on cracking behavior of Ni-based coating by laser-induction hybrid cladding", *Applied Surface Science*, Vol. 256, (2010), 5985-5992
- 22) A. Jonnalagadda, S. Scharek, C. Bratt, D. Albert and T. Weitzer, "Induction assisted laser cladding for high deposition rates", *Proc, ICALEO 2011*, (2011), 283-294
- 23) S. Sun, Y. Durandet and M. Brandt, "Parametric investigation of pulsed Nd: YAG laser cladding of stellite 6 on stainless steel", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 194 (2005), 225-231
- 24) I. Hemmati, J. C. Rao, V. Ocelik and J. Th. De Hosson, "Phase formation and properties of vanadium-modified Ni-Cr-B-Si-C laser-deposited coatings", *Journal of Materials Science*, Vol. 48, (2013), 3315-3526
- 25) D. Bartkowski, A. Mlynarczyk, A. Piaseci, B. Dudziak, M. Goscianski and A. Bartkowska, "Microstructure, microhardness and corrosion resistance of Stellite-6 coatings reinforced with WC particles using laser cladding", *Optics and Laser Technology*, Vol. 68 (2015), 191-201
- 26) P. Farahmand and R. Kovacevic, "Laser cladding assisted with an induction heater (LCAIH) of Ni-60%WC coating", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 222 (2015), 244-258
- 27) I. Hemmati, V. Ocelik, and J. Th. M. De Hosson, "Toughening mechanism for Ni-Cr-B-Si-C laser deposited coatings", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 582, (2013), 305-315
- 28) S. Sun, Y. Durandet and M. Brandt, "Parametric investigation of pulsed Nd: YAG laser cladding of stellite 6 on stainless steel", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 194 (2005), 225-231
- 29) I. Hemmati, V. Ocelik, and J. Th. M. De Hosson, "Dilution effects in laser cladding of Ni-Cr-B-Si-C hardfacing alloys", *Materials Letters*, Vol. 84, (2012), 69-72
- 30) P. Wu, C. Zhou and X. Tang, "Microstructural characterization and wear behavior of laser clad nickel-based and tungsten carbide composite

- coatings”, Surface and Coatings Technology, Vol. 166, (2003), 84-88
- 31) I. Hemmati, V. Ocelik, and J. Th. M. De Hosson, “Dilution effects in laser cladding of Ni–Cr–B–Si–C hardfacing alloys”, Materials Letters, Vol. 84, (2012), 69-72
- 32) 斉木敏治, 蘆田泰則: 先端光技術シリーズ 2 光物性入門 -物資の性質を知ろう-, 朝倉書店, (2009), 27-31.
- 33) 宇野良清, 津屋昇, 新関駒二郎, 森田章, 山下次郎 共訳: キッテル固体物理学, 丸善書店, (2015), 140-170
- 34) A. V. Gusarov and E. P. Kovalev, “Model of thermal conductivity in powder beds”, Physical Review B, Vol. 80, (2009), 02402
- 35) J. M. Montes, F. G. Cuevas, J. Cintas and S. Munoz, “Thermal Conductivity of Powder Aggregates and Porous Compacts”, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 43, (2012), 4532-4538
- 36) D. L. Swift, “THE THERMAL CONDUCTIVITY OF SPHERICAL METAL POWDERS INCLUDING”, International Journal of heat mass transfer, Vol. 9, (1966), 1061-1074

第2章 集光点におけるレーザービームプロファイルが皮膜特性に与える影響

2.1 はじめに

レーザークラディングとは、皮膜材料となる金属粉末をレーザー光により加熱・溶融させることにより、皮膜を基板に溶着させる技術である。本研究では、融点が低く濡れ性が良好な Ni-Cr-Si-B 合金粉末を用いて皮膜形成を行う。Ni-Cr-Si-B 合金は、耐摩耗性や耐腐食性に優れる材料であるため、基板表面に優れた機能を付与する事が可能となる。レーザーは集光性が高く、制御性に優れているため、投入エネルギーを小さくすることができ、溶射法やプラズマ粉体肉盛などの従来法と比較して基板への熱影響や変形を小さくすることが可能となる。レーザークラディングにおいて、優れた皮膜特性を維持するためには、溶融した基板の皮膜への混入(希釈)を小さくかつ平滑な皮膜を形成することが重要である。皮膜の希釈が小さくかつ表面が平滑な皮膜を形成するためには、集光点におけるレーザーの空間プロファイルが非常に重要であると考えられる。

第1章の5節で述べたように金属粉末は熱伝導率が非常に低いというえに、粒子が独立して動くことができる。このため、照射するレーザー強度が低いと基板材料が溶融せずに粒子同士が凝集してしまう可能性がある。粒子の凝集を抑制するためには、溶融した材料が濡れ広がる温度まで加熱する必要がある。しかしながら、Fig. 2.1(a)に示すようにレーザーの強度分布が一様でない(Gaussian-like ビーム)と、レーザーの中央では溶融した粉末が濡れ広がり皮膜が形成されるが、レー

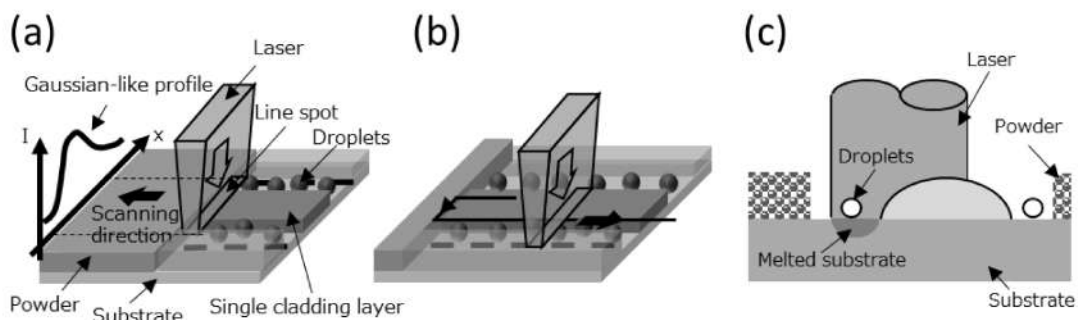


Fig. 2.1 Schematic diagrams of the beam profile effect on cladding layer formation. (a) Schematic diagram of laser scanning. (b) Schematic diagrams of overlapping of laser spot. (c) Cross-section images of overlapping laser spot.

ザの周囲の領域では粉末を十分に加熱することができず、凝集が生じる可能性がある。レーザクラディングにおいて、ビームの幅以上の面積の皮膜を形成するためには、Fig. 2.1(b)に示すようにビームをオーバーラップさせる必要があるが、粉末の凝集が生じてしまうと、Fig. 2.1(c)に示すように基板が直接レーザで加熱・溶融するため希釈が増大する可能性がある。また、凝集して形成されたドロップレットが再溶融することにより表面粗さの増大を招く可能性もある。粉末の凝集を抑制するためには、レーザのレーザ強度が一様なフラットトップのビームを用いることが必要であると考えられる。そこで、本研究では集光点におけるレーザの空間プロファイルが皮膜特性に与える影響を検討するために、市販のダイレクトダイオードレーザを用いて Ni-Cr-Si-B 合金皮膜の形成を行う。最初にレーザを一回掃引させ基板の溶け込みの少ない成膜条件を明らかにし、その条件を基にレーザをオーバーラップさせて皮膜を形成し、集光点におけるレーザの空間プロファイルが皮膜特性に与える影響を調べる。また、高速度カメラを用いて粉末の溶融挙動観察を行う。最後に銅製のスリットを用いてレーザの強度が低下していく領域をカットして実験を行うことでフラットトップビームの必要性を示す。

2.2 実験方法

皮膜材料として、Ni-Cr-Si-B 合金を用いた。合金の材料塑性は第 1 章で述べたものと同じである。使用した粉末の平均粒径は $55\ \mu\text{m}$ である。基板材料は 304 型ステンレス鋼板を用いた。基板の大きさは $50\ \text{mm}^w \times 50\ \text{mm}^l \times 3\ \text{mm}^t$ とした。レーザクラディングの実験装置の模式図を Fig. 2.2 に示す。この装置は、ダイレクトダイオードレーザ、XY ステージ、ハイスピードビデオカメラ及びメタルショートアークランプで構成されている。ダイレクトダイオードレーザは定格出力が 300 W である。集光スポットは Fig. 2.3 に示すように、長径及び短径が $3.24\ \text{mm} \times 0.52\ \text{mm}$ の楕円ビームである。最初に、レーザ出力及び掃引速度を変化させて、レーザを一回掃引させることで皮膜形成を行った。次に、レーザをオーバーラップさせて照射し、 $10 \times 10\ \text{mm}$ の皮膜を形成した。レーザをオーバーラップさせて照射した時の、照射方法の模式図を Fig. 2.4 に示す。

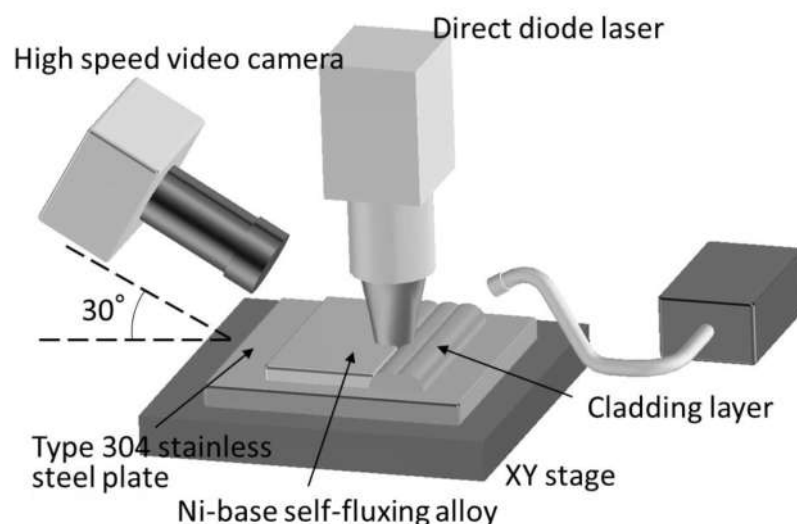


Fig. 2.2 Schematic diagram of experimental setup.

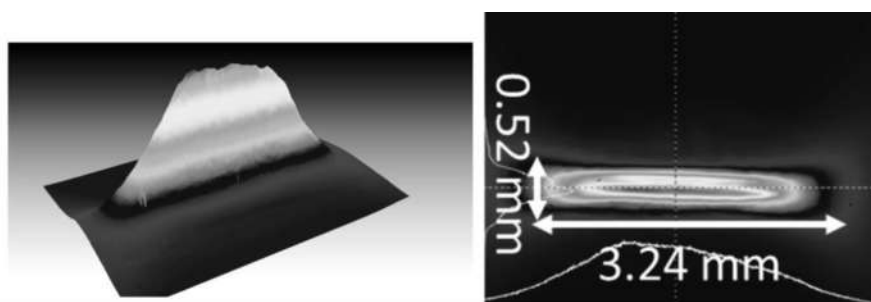


Fig. 2.3 Beam profile of Gaussian-like beam at the focal point.

Fig. 2.4 に示したように、XY ステージ上に 304 型ステンレス鋼基板を固定し、そのステージを制御することで、ビームの短径方向にレーザ集光スポットを掃引した。短径方向に 10 mm 掃引後、ビーム長径方向にシフトした後、再びビーム短径方向に集光スポットを掃引させた。ここで、ビームがシフトした時の集光スポットの重なり率をオーバーラップ率とした。オーバーラップ率は、ビームの長径を D 、ビームの重なり幅を d とした時、 $\text{Overlap rate} = d/D \times 100 (\%)$ として計算した。レーザを一回掃引させて皮膜を形成した際のレーザ出力および掃引速度はそれぞれ、200～240 W および 5～15 mm/s とした。レーザをオーバーラップさせて皮膜を形成する際の条件は、レーザ出力を 200 W、220 W および 240 W、掃引速度は 5 mm/s、10 mm/s および 15 mm/s で、オーバーラップ率を 80、85、90 および 95% と変化させて実験を行った。レーザ照射時の材料粉末の熔融

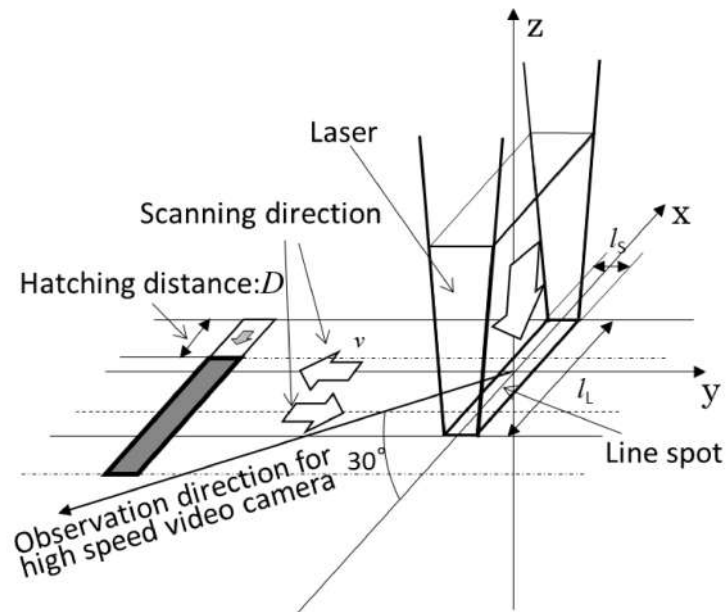


Fig. 2.4 Schematic diagram of laser scanning and high speed video observation method.

挙動は高速度カメラを用いて 1000 fps で撮影した。この時撮影は Fig. 2.4 に示すようにレーザの掃引方向に対して垂直方向、xy 平面から 30° の角度で撮影した。皮膜の評価として、表面及び断面を光学顕微鏡によって観察を行い、荷重 0.5 N で皮膜の断面深さ方向のビッカース硬さを測定した。EDX によって皮膜中の元素濃度を測定することで、皮膜の希釈を調べた。

2.3 実験結果および考察

2.3.1 一回掃引による皮膜形成

Figure 2.5 にレーザを一回掃引させて、Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼基板上に形成させた時の断面観察結果を示す。レーザの出力が 200 W、パワー密度が $2.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ の条件で掃引速度を 5、10 および 15 mm/s へ変化させると、Fig. 2.5(a)に示されるように、掃引速度が 5 mm/s の条件においては皮膜中央部が基板に深く溶け込んでいることが分かる。掃引速度が 10 および 15 mm/s の条件においては、Figs. 2.5(b)および(c)に示されるように基板への溶け込みが小さな皮膜が形成されていることが分かる。形成された皮膜の断面積

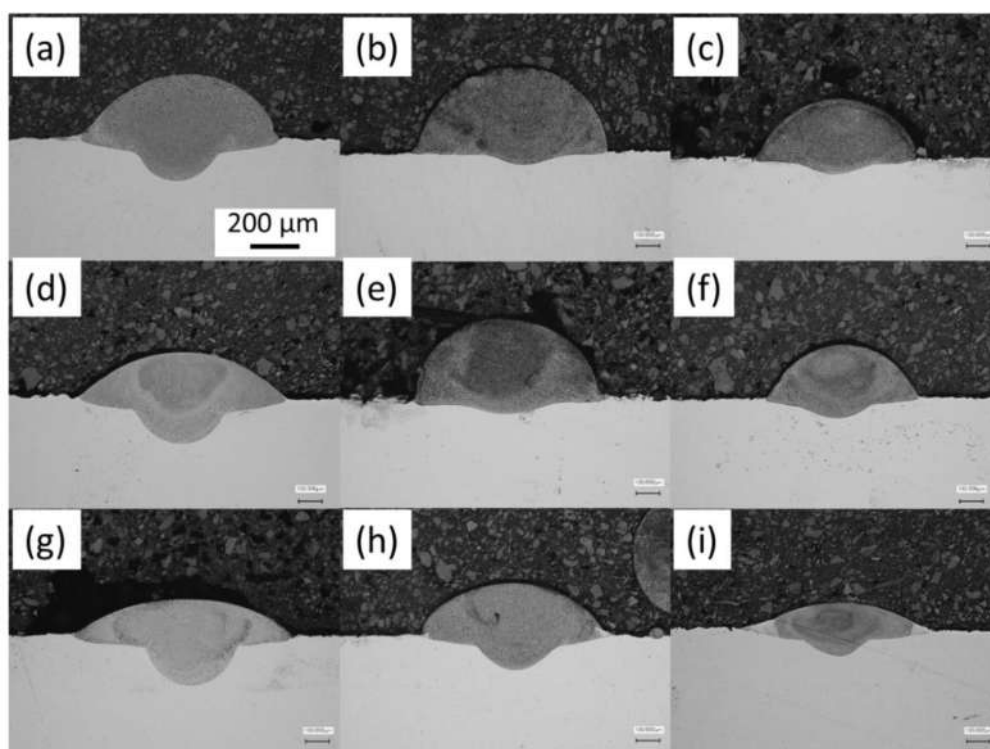


Fig. 2.5 Optical images of cross sections of cladding layer. Laser power of (a)-(c), (d)-(f) and (g)-(i) were 200, 220 and 240 W and scanning velocity of (a),(d),(g) 5 (b),(e),(h) 10 (c),(f),(i) 15 mm/s, respectively.

は、掃引速度が 10 mm/s の条件の方が 15 mm/s の条件よりも大きいことが分かる。これは、後述するように材料粉末の凝集が生じるため、皮膜化した粉末の総量が増加したためであると考えられる。皮膜の幅は、どの条件においても約 800 μ m 程度であった。これは、2.1 節で述べたようにレーザ強度が十分に高い領域のみ粉末が溶融し皮膜化したためであると考えられる。レーザの出力が 220 W、パワー密度が 2.5×10^4 W/cm² の条件においても、Figs. 2.5(d)、(e)および(f)に示されるように先述した結果と同等の皮膜が得られた。レーザの出力が 240 W、パワー密度が 2.8×10^4 W/cm² の条件で皮膜を形成すると、Figs. 2.5(g)、(h)および(i)に示されるように掃引速度が 5、10 および 15 mm/s のどの条件においても皮膜が基板に溶け込んでいることが分かる。これは、パワー密度が高いため掃引速度を増加させても基板への溶け込みが減少しなかったと考えられる。これらの結果から、パワー密度が 2.5 および 2.8×10^4 W/cm²、掃引速度が 10 及び 15 mm/s の条件において希釈が小さな皮膜が形成されることが明らかとなった。

2.3.2 複数回レーザ掃引による皮膜形成結果

複数回レーザを掃引させて $10\text{mm} \times 10\text{mm}$ の大きさの皮膜を形成した際の皮膜表面写真を Figs 2.6、2.7 および 2.8 に示す。Fig. 2.6、2.7 および 2.8 は掃引速度がそれぞれ 5、10 および 15 mm/s の条件における表面写真で、オーバーラップ率を 80 から 95%、レーザのパワー密度を $2.3 \sim 2.7 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ まで変化させた時の結果を示している。また、この時の表面写真に対応する断面の観察結果を Figs. 2.9、2.10 および 2.11 に示す。これらの結果から、掃引速度が 5 mm/s の条件においては、オーバーラップ率が 80 %まで低くなると、どのレーザ出力の条件においても皮膜表面に凹凸(ハンピング)が形成されるようになり平滑な皮膜が形成されなかった。また、オーバーラップ率が 85%の条件においても、レーザ出力を 200 W まで低下させると皮膜表面にハンピングが形成されていることが分かる。また、断面に関してはオーバーラップ率が 90 および 95%の条件においては基板に対して皮膜が深く溶けこんでいることが分かる。また、オーバーラップ率を 80%まで低くすると、基板に対して皮膜が深く溶けこまなくなり、平滑な界面が形成されていた。

掃引速度を 10 mm/s に増加させると、掃引速度が 5 mm/s の条件と比較して皮膜表面にハンピングが形成される条件範囲が拡大していた。オーバーラップ率が 90%の条件においてもレーザ出力を 200 W まで低下させると、皮膜表面にハンピングが形成されていることが分かる。また、断面に関しては皮膜が基板に対して大きく溶けこむような条件範囲が小さくなっていることが分かった。これは、掃引速度が速くなり、皮膜に対する単位長さあたりの入熱量が小さくなったためであると考えられる。

掃引速度を 15 mm/s まで増加させると、どの条件においても皮膜表面にハンピングが形成されていた。また、ハンピングのみではなく球状に凝固した材料が皮膜表面に残っていることが分かった。これは入熱量が小さくなったため、皮膜が濡れ広がらなくなったと考えられる。また、球状に凝固した材料は粉末の凝集によって形成されたと考えられる。断面に関しては、皮膜が基板に対して大きく溶けこむ条件が存在しなかった。掃引速度、レーザ出力及びオーバーラップ率がそれぞれ 10 mm/s、220 W 及び 95%で形成した皮膜のビッカース硬さを測定

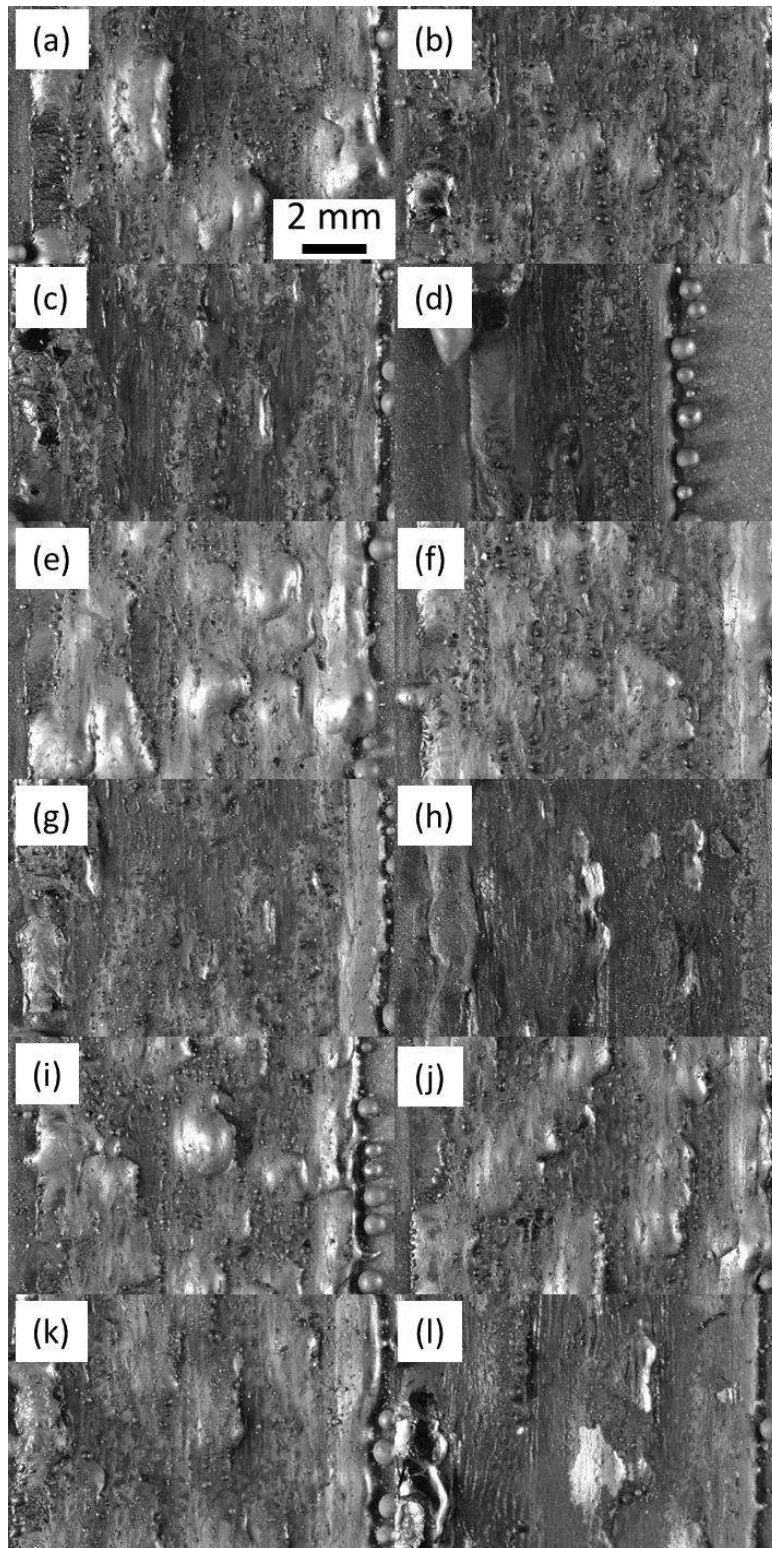


Fig. 2.6 Optical images of cladding layer at the overlap rate of 80% (a), (e) and (i), 85% (b), (f) and (j), 90% (c), (g) and (k) and 95% (d), (h) and (l).((a)~(d) 240 W, (e)~(h) 220 W and (i)~(l) 200 W. 5 mm/s).

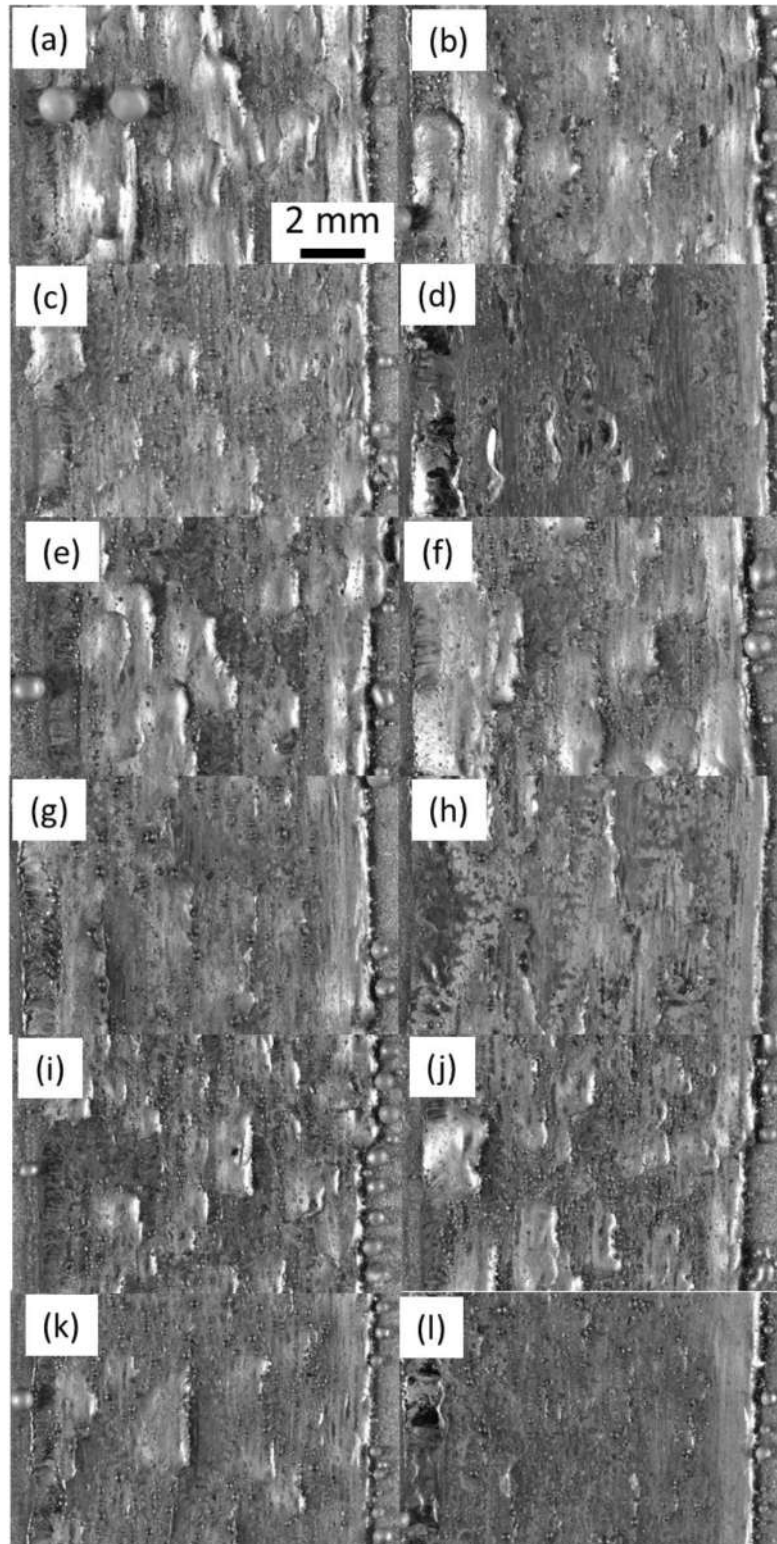


Fig. 2.7 Optical images of cladding layer at the overlap rate of 80% (a), (e) and (i), 85% (b), (f) and (j), 90% (c), (g) and (k) and 95% (d), (h) and (l).((a)~(d) 240 W, (e)~(h) 220 W and (i)~(l) 200 W. 10 mm/s).

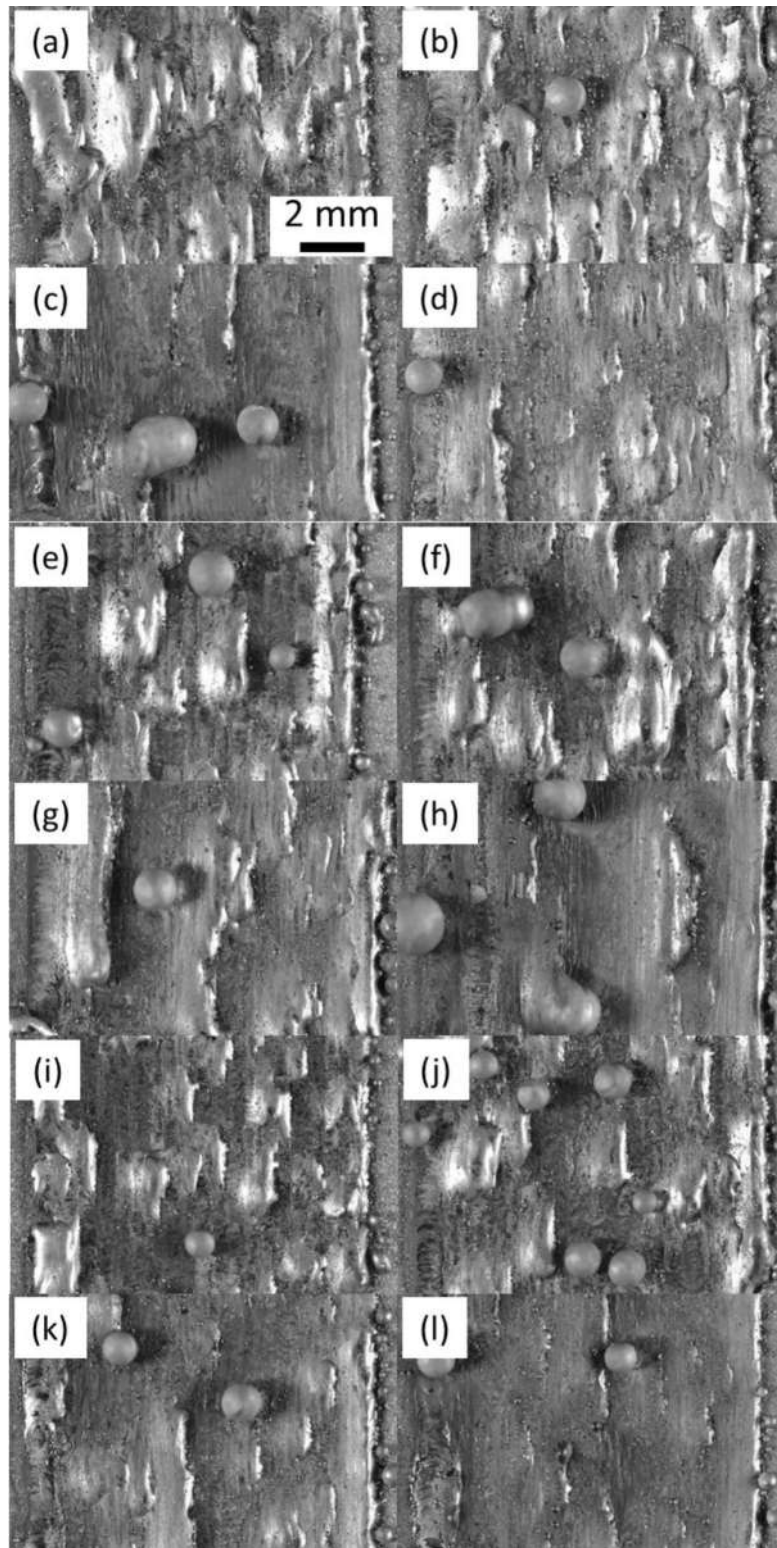


Fig. 2.8 Optical images of cladding layer at the overlap rate of 80% (a), (e) and (i), 85% (b), (f) and (j), 90% (c), (g) and (k) and 95% (d), (h) and (l). ((a)~(d) 240 W, (e)~(h) 220 W and (i)~(l) 200 W. 15 mm/s).

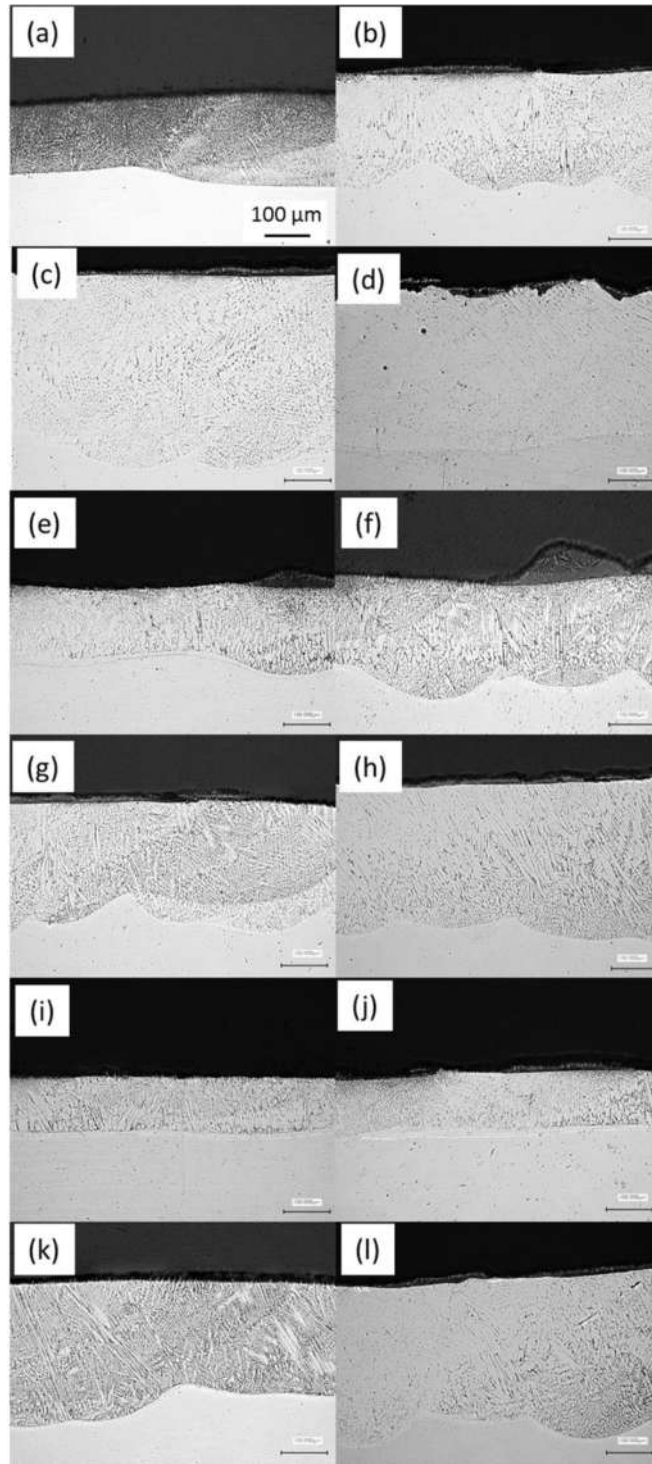


Fig. 2.9 Cross sections of cladding layer at the overlap rate of 80% (a), (e) and (i), 85% (b), (f) and (j), 90% (c), (g) and (k) and 95% (d), (h) and (l).((a)~(d) 240 W, (e)~(h) 220 W and (i)~(l) 200 W. 5 mm/s).

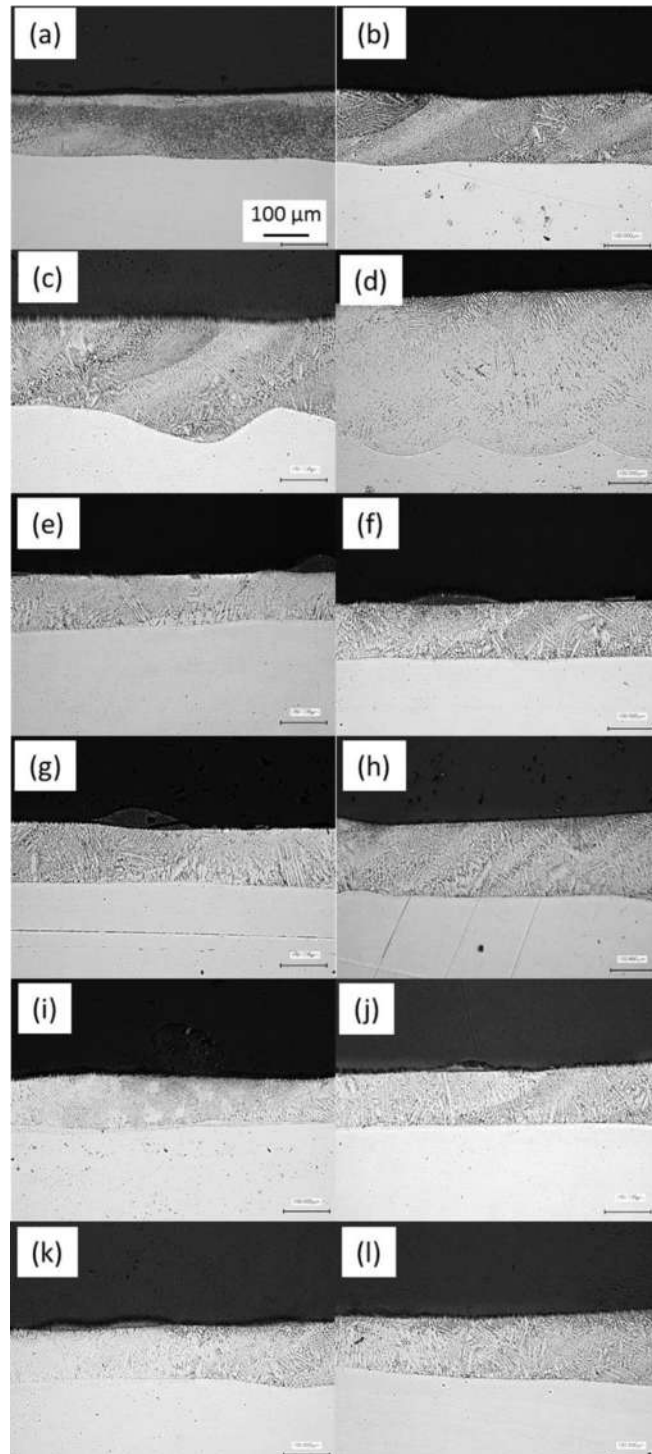


Fig. 2.10 Cross sections of cladding layer at the overlap rate of 80% (a), (e) and (i), 85% (b), (f) and (j), 90% (c), (g) and (k) and 95% (d), (h) and (l).((a)~(d) 240 W, (e)~(h) 220 W and (i)~(l) 200 W. 10 mm/s).

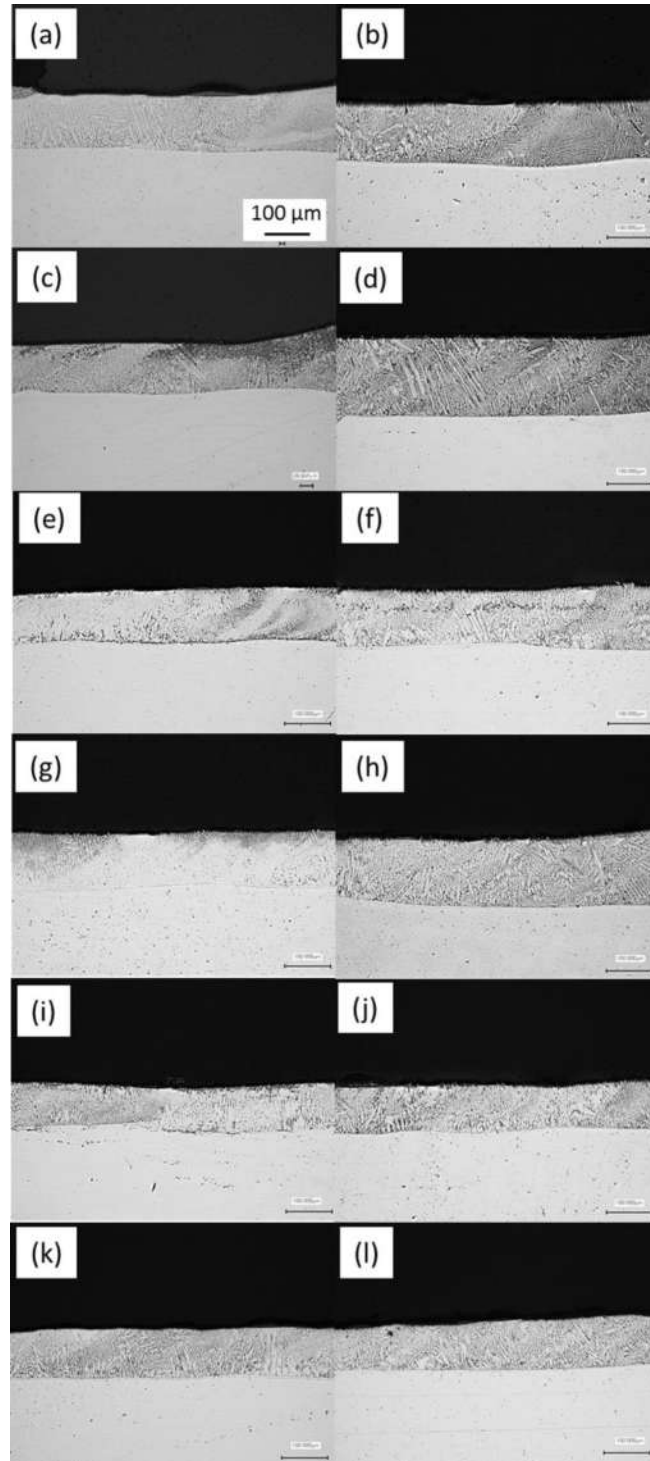


Fig. 2.11 Cross sections of cladding layer at the overlap rate of 80% (a), (e) and (i), 85% (b), (f) and (j), 90% (c), (g) and (k) and 95% (d), (h) and (l).((a)~(d) 240 W, (e)~(h) 220 W and (i)~(l) 200 W. 15 mm/s).

すると、259.4 HV であった。実験に使用した Ni-Cr-Si-B 合金粉末は、担保されているビッカース硬さが 800HV 程度であるため、形成された皮膜は希釈が生じていることが示されている。これは、界面が平滑になったのは、レーザが複数回基板を溶融させたことにより、均一に基板が溶融したためであると考えられる。また、これらの結果から、レーザを 1 回掃引させたときは希釈が生じていなくとも、複数回レーザを掃引させると皮膜に希釈が生じることが示された。これは、2.1 節で述べたように粉末の凝集が生じた結果、基板に対してレーザが直接照射されたためであると考えられる。

2.3.3 高速度カメラによるレーザ掃引時の粉末の溶融挙動観察

Figure 2.12 に高速度カメラを用いてレーザ照射時の粉末の溶融挙動を観察した結果を示す。この時のレーザ照射条件はパワー密度および掃引速度がそれぞれ $2.5 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ 、10 mm/s である。画像中心部にレーザが照射されており、右から左方向にレーザスポットが掃引されている。この結果から、レーザスポットの中央部のレーザ強度が高い領域においては粉末が溶融し、基板上で濡れ広がっており皮膜が形成されていることが分かる。レーザ照射部の両端では粉末が凝集していることが分かる。Fig. 2.12 (d) から、レーザが通過し始めて約 30 ms 後に粉末が凝集をはじめ、Fig. 2.12(h) の時点で凝集が終了し、球状に凝固することがわかった。これらの結果から、粉末はレーザが照射されてから約 70 ms 程度で粉末が凝集していることが分かる。凝集した粉末は、球状に凝固していることが分かる。凝集した粉末の一部は溶融地に引き込まれ、皮膜となっていた。また、溶融池の大きさは約 0.8 mm 程度であり、凝集が生じている領域は約 2.8 mm 程度であることが分かる。これらの結果から、レーザスポットの両端部の領域はパワー密度が低くなっているため、粉末の温度を十分に上昇させることができず、凝集が生じたと考えられる。粉末の凝集の駆動力はラプラス圧であると考えられる^{1) 2)}。レーザの両端部の粉末は溶融し、それぞれが付着すると Fig. 2.13 に示すように溶融した粒子間にくびれが生じる。このくびれの曲率に応じて内向きのラプラス圧が発生し、粒子の凝集が生じていると考えられる。粒子の温度が十分に増加している場合は、粒子の凝集よりも先に基板への濡れが生じ皮膜が形成されることが考えられる。

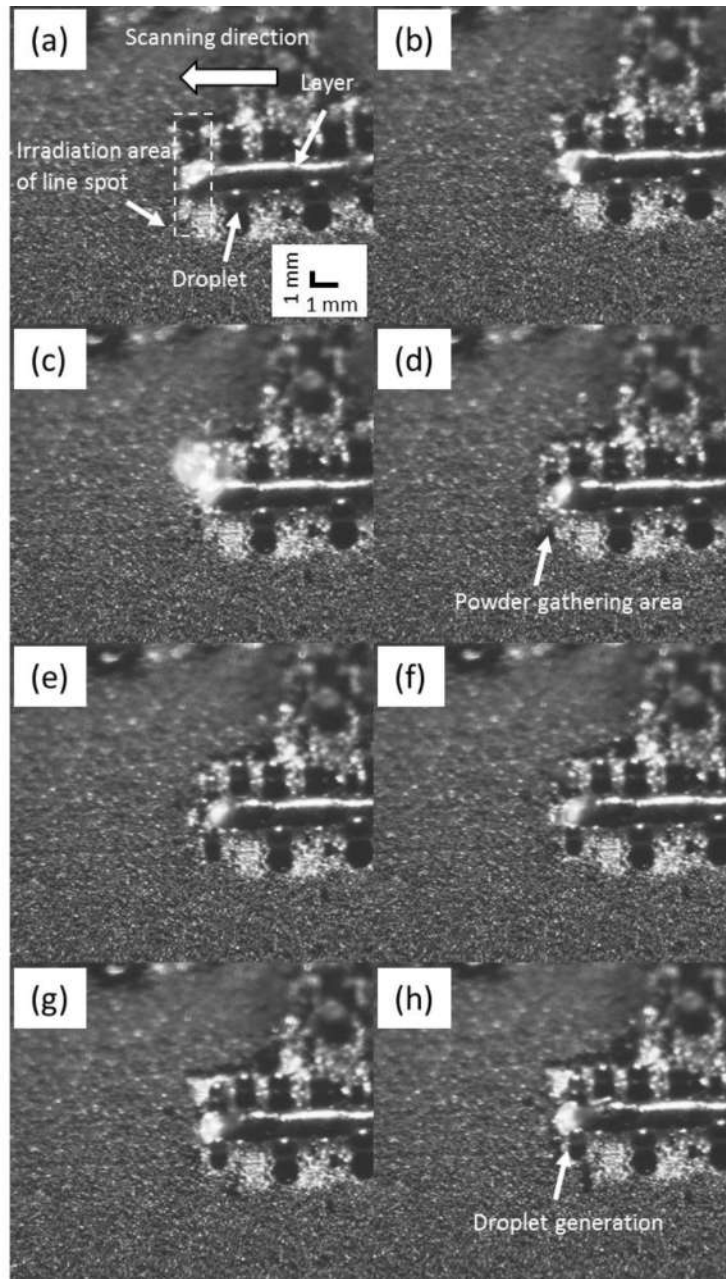


Fig. 2.12 High speed observation images of cladding layer formation phenomena of (a), (b), (c), (d), (e), (f), (g) and (h) were 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60 and 70 ms, respectively.

Fig. 2.14 にオーバーラップしたレーザが照射された際の高速度観察結果を示す。Fig. 2.14(a) に示すように、球状に凝固した材料にオーバーラップしたレーザが照射されると、球状に凝固した材料が再溶融し、ハンピングが形成された。形成されたハンピングはオーラップしたレーザによって何度も再溶融すること

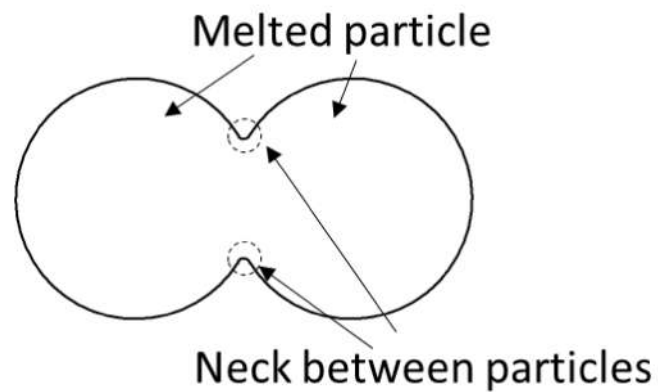


Fig. 2.13 Schematic diagram of melted powder gathering.

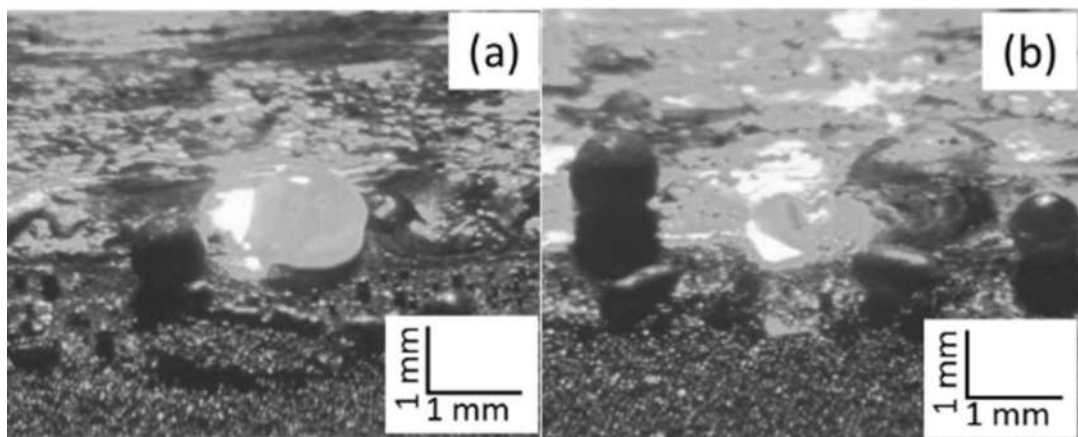


Fig. 2.14 High speed image of (a) hump formation and (b) layer and substrate melting.

が分かった。このため、オーバーラップ率が高い時はハンピングが再溶融することによって皮膜が平滑になったと考えられる。Fig. 2.14 (b) から、基板が露出した領域にオーバーラップしてきたレーザが照射されることで皮膜と基板が同時に溶融していることが分かる。この時、溶融した基板が皮膜に混ざりこむことによって、皮膜が 304 型ステンレス鋼基板によって希釈されたと考えられる。これらの結果から、材料粉末の凝集が、皮膜の表面にハンピングの形成や、皮膜の希釈を引き起こしていると考えられる。

Fig. 2.15(a) に実験に用いたレーザのビームプロファイル、Fig. 2.15(b) にプロファイルの断面模式図を、Fig. 2.15(c) に高速観察結果とレーザ照射部の関係を示す。Figs. 2.15(a) および (b) から、ビームにはレーザ強度が高く一定強度となっている Region A とレーザ強度が Region B の 2 つの領域が存在することが分かった。Region A の幅は 0.8 mm、Region B の幅は左右それぞれ 1.2 mm である。Fig. 2.15(c) から、Region A の照射部においては溶融池が形成されているが、Region B の照射部においては材料粉末が凝集していることが分かる。レーザの長径が 3.24 mm であるのに対し、溶融池の幅が約 1.1 mm であることから、Region A のみが溶融池を形成しており、Region B は材料粉末を凝集し

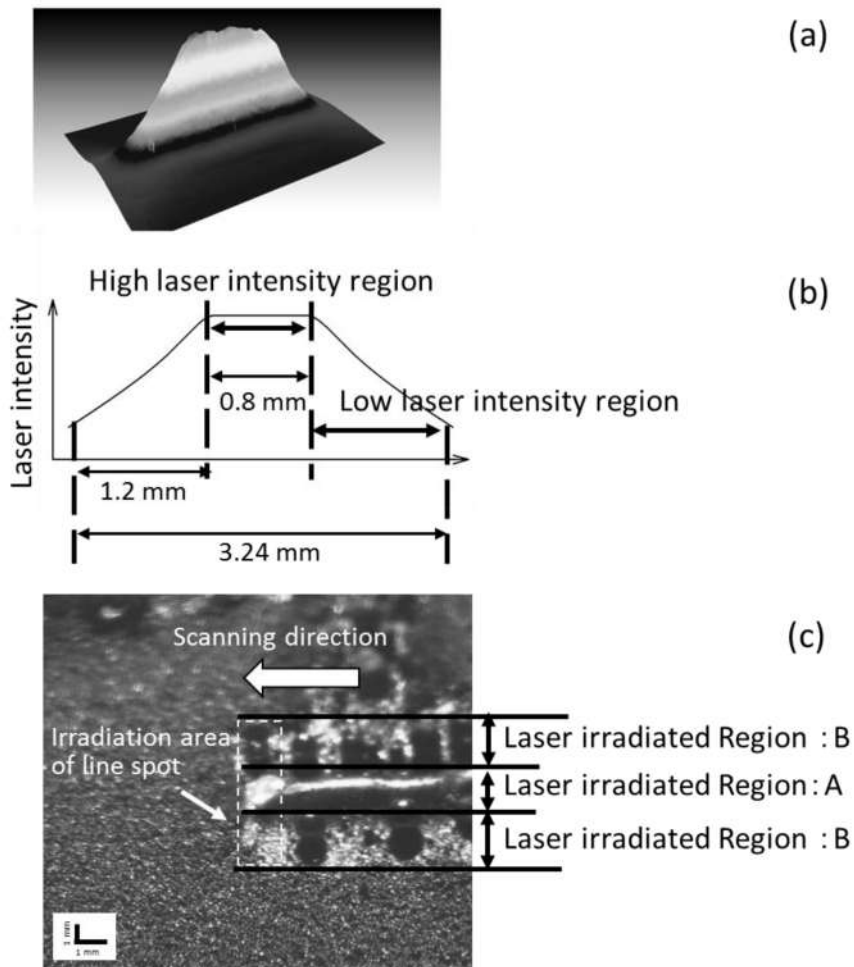


Fig. 2.15 (a) Laser beam profile of direct diode laser (b) schematic diagram of laser intensity of direct diode laser and (c) the optical image of laser irradiated area.

ていると考えられる。このため、材料粉末の凝集を抑制するためには、領域 B を除去することが有効であると考えられる。

2.3.4 皮膜特性改善のための銅スリットを用いたビーム整形

高速度観察から、ビームにレーザ強度の低い領域が存在すると、ハンピングの形成や希釈が発生することが分かった。そこで、レーザ強度が低い領域を除去することでビームを整形し、ビームプロファイルが皮膜特性に与える影響を調べた。Fig. 2.16 に示すような中央部に幅 0.8 mm、長さ 20 mm、大きさのスリットを形成した厚さ 1 mm の銅製のマスクを用いて、レーザ強度が低い領域を除去した。Fig. 2.17 に整形後のビームプロファイルを示す。この結果から、マスクを用いることで Region B が除去され、レーザ強度が均一なビームが形成されたことが分かる。この時、整形ビームの Region B の長さは約 500 μm であった。

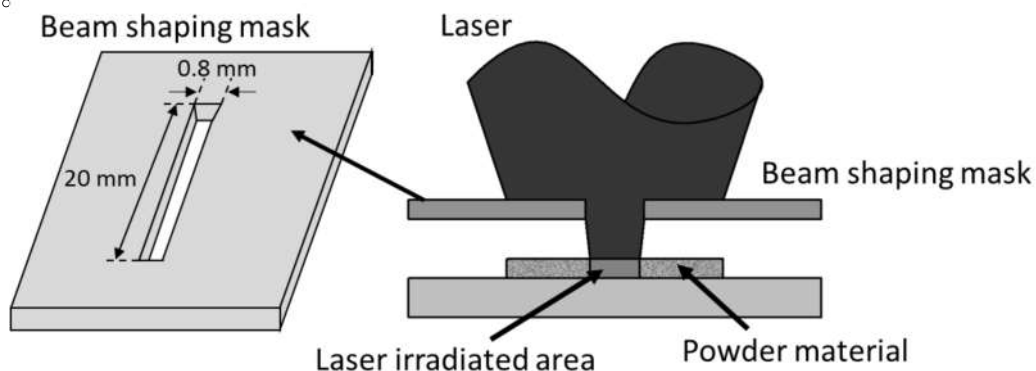


Fig. 2.16 Schematic diagram of laser beam shaping.

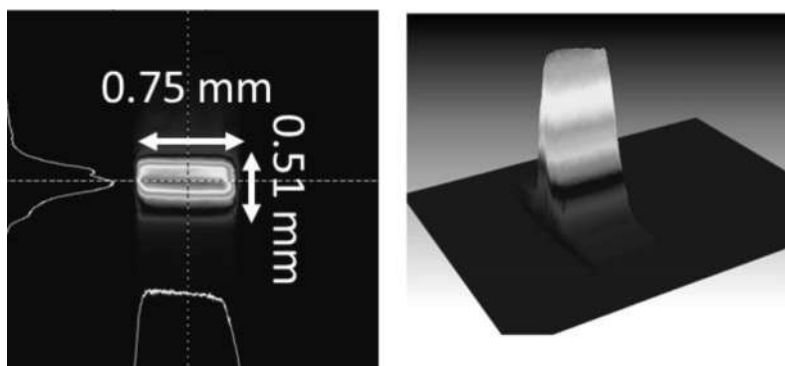


Fig. 2.17 Laser beam profile after beam shaping.

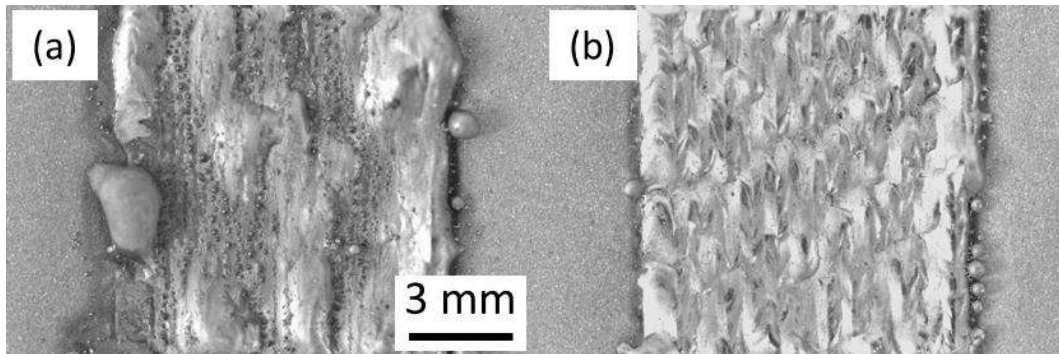


Fig. 2.18 Optical images of cladding layer surfaces (a) before beam shaping and (b) after beam shaping.

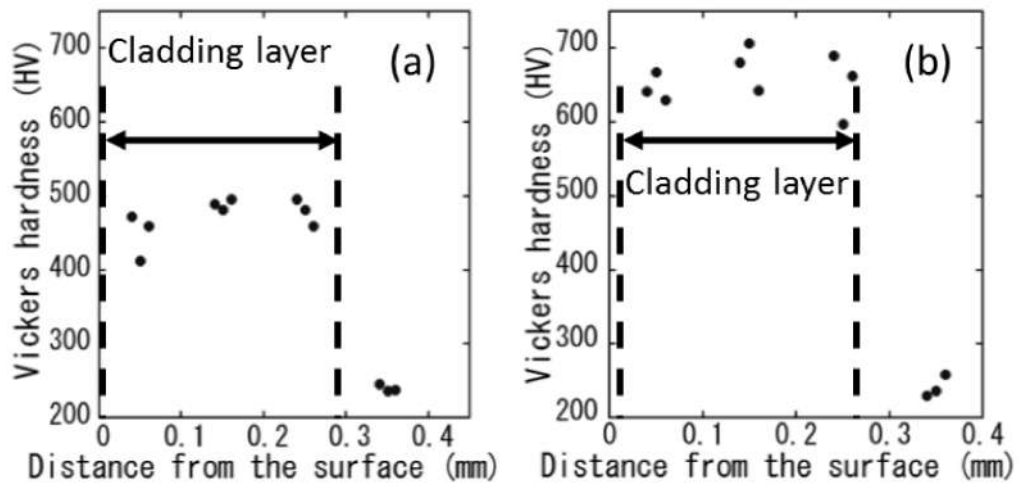


Fig. 2.19 Vickers hardness of cladding layers (a) before beam shaping and (b) after beam shaping.

未整形ビームと整形ビームを用いて皮膜を形成し、皮膜の表面及びビッカース硬さの比較を行うことで、ビーム整形の効果を調べた。レーザ出力及び掃引速度をそれぞれ 260 W および 10 mm/s でそれぞれ一定として実験を行った。レーザのシフト幅は 320 μm で一定とした。静置粉末厚さは 200 μm とした。Fig. 2.18 に形成した皮膜の表面観察結果を示す。Fig. 2.18(a) から、未整形ビームを用いて形成した皮膜表面は、大きなハンピングが形成されていることが分かった。これに対して Fig. 2.18(b) に示されるように、整形ビームを用いて形成した皮膜表面はハンピングが形成されず、平滑な皮膜が形成されていることが分

かった。ハンピングが形成される原因は材料粉末の凝集であったことから、ビームを整形することによって、材料粉末の凝集が抑制されたと考えられる。次に、Fig. 2.19 に形成した皮膜のビッカース硬さ試験の結果を示す。ビッカース硬さは皮膜表面側から基板に向かって測定した。Fig. 2.19(a) に示すように、整形ビームを用いて形成した皮膜の平均ビッカース硬さは 472.1 HV であることが分かった。これに対して、Fig. 2.19(b)に示すように、ビーム整形を行うことによって皮膜の平均ビッカース硬さは 681.9 HV まで向上することが分かった。しかしながら、この値は粉末の保障する値以下である。これは、粉末の凝集の抑制が不十分であるためであると考えられる。

Fig. 2.20 に皮膜と基板の界面付近における、EDX による Fe 元素の濃度分析結果を示す。Fig. 2.20(a) に示すように、SEM 画像左側が皮膜、右側が基板となっている。Figs. 2.20(b)および(c)における線 b-1 および c-1 上の Fe 濃度が黒い線で示されている。Fig. 2.20 (b) 及び(c) から示されるように、未整形ビームによって形成された皮膜は整形ビームと比較して Fe 元素濃度が高くなっていることが分かる。このことから、未整形ビームによって形成された皮膜では基板が皮膜に混ざりこむことで Fe 元素濃度が増加しているが、ビームを整形することによって、Fe 元素の混入が抑制されたと考えられる。皮膜中の Fe 濃度は未整形ビームを用いた場合は 34.8 %であるのに対して、整形ビームを用いた場合は Fe 濃度が 16.3%まで低下していることが分かった。Ni 基自溶性合金中は Fe

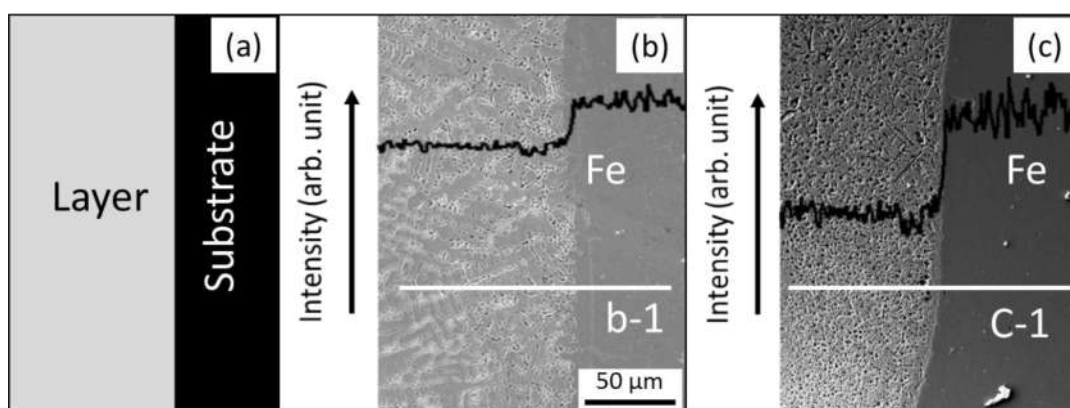


Fig. 2.20 EDX line analysis of elements at the interface between cladding layer and substrate (a) schematic diagram of cross section (b) before beam shaping and (c) after beam shaping.

元素が増加することによって硬度が低下する³⁾。このため、皮膜中の **Fe** 濃度が低下したことによって、整形ビームを用いて形成した皮膜の硬度が向上したと考えられる。これらのことから、良好な皮膜を形成するためには、レーザ強度が均一なレーザを用いることが有効であることが分かった。

2.4 まとめ

本研究では、ダイレクトダイオードレーザを用いて、304 型ステンレス鋼基板上に薄い **Ni-Cr-Si-B** 合金皮膜の形成を行い、レーザ照射条件が皮膜形成に与える影響について検討を行った。また、レーザ照射時における材料粉末の挙動の高速度観察を行った。高速度観察の結果をもとに、ビーム整形を行い、皮膜の表面粗さ及びビッカース硬さの改善を行った。その結果、掃引速度、レーザ出力及びオーバーラップ率をそれぞれ変化させて実験を行ったところ、投入熱量が小さい時は皮膜の凹凸が大きく、大きい時は皮膜が基板に溶込むことが分かった。オーバーラップ率を増加させることで、皮膜表面を平滑にすることが可能であることが分かった。また、掃引速度、レーザ出力及びオーバーラップ率を制御することでは希釈を抑制できないことが分かった。レーザ照射時における材料粉末の熔融挙動の高速度観察から、熔融池の周辺材料粉末が凝集し、基板が露出した領域が形成されることが分かった。オーバーラップしてきたレーザが、球状の材料及び基板露出部を照射することによって、ハンピングや皮膜の希釈が発生することが分かった。高速度カメラ観察の結果、材料粉末の凝集はレーザのパワー密度が低い領域が粉末に照射されることが原因であることが分かった。レーザのパワー密度が低い領域が存在すると、その部分では粉末が十分に過熱されず、基板上にぬれ広がることができず凝集すると考えられる。銅製マスクを用いてビームのレーザ強度が低い領域を除去することによって、**Ni-Cr-Si-B** 合金皮膜の表面形状が改善され、希釈を低下させることができることが分かった。このとき、皮膜のビッカース固さは **681.9 HV** まで増大していることが明らかとなった。また、皮膜の成分を **EDX** によりライン分析した結果、銅製マスクを用いていない未整形ビームを用いて皮膜を形成すると、皮膜中の **Fe** 濃度が高くなっており、これに対して、銅製マスクを用いてビームを整形することで **Fe** 濃度を減少させることが可能であることがわかった。皮膜中の **Fe** 濃度は、

未整形ビームを用いて形成した場合は、34.8%であったのに対して、整形ビームを用いると 16.3%まで Fe 濃度を低下させることが可能であることが示された。これらの結果から、希釈が小さく表面粗さが小さな皮膜を形成するためには、レーザの集光点における強度分布が一様なビームを用いることが重要であることが明らかとなった。整形ビームを用いて形成した皮膜のビッカース硬さは、粉末の保障する値を下回っているため、銅スリットを用いる方法では粉末の凝集が不十分であると考えられる。

参考文献（第 2 章）

- 1) J. Lee、 K. Kim、 and S. H. Kong、 "Hermetic sealing of liquid using Laplace pressure disparity induced by heterogeneous surface energy"、 Sensors and Actuators A: Physical、 (2011)、 333-340
- 2) J. Eggers、 J.R. Lister and H. A. Stone、 "Coalescence of liquid drops"、 Journal of Fluid Mechanics、 Vol. 401 (2011)、 293-310
- 3) I. Hemmati、 V. Ocelik、 and J. Th. M. De Hosson、 "Dilution effects in laser cladding of Ni–Cr–B–Si–C hardfacing alloys"、 Materials Letters、 Vol. 84、 (2012)、 69-72

第3章 集光点におけるレーザービームの強度分布制御のための集光光学系開発

3.1 はじめに

第1章で述べたように、金属粉末は拡散反射により吸収率が高く、バルク材と異なりそれぞれの粒子が拘束されておらず自由に動くことができる。このため、バルク材では溶融が生じないパワー密度の領域である $\sim 10^3 \text{ W/cm}^2$ 程度においても粒子が溶融し凝集などを起こすことを第2章で示した。粉末が凝集すると、皮膜の希釈および表面あらその増大を引き起こすため、レーザクラディングにおいて、集光点におけるビームプロファイルの制御を行うことが重要である。表面処理技術であるレーザクラディングにおいては、キーホール溶接程のパワー密度は必要とされない。このため、ワンパスで大面積の成膜が可能となるように、集光点のビーム形状が矩形となるラインビームが用いられる¹⁻⁴⁾。このようなラインビームを形成する手法として、シリンドリカルレンズが用いられることが多い。シリンドリカルレンズを用いることでラインビームは容易に得ることが可能であるが、レーザの強度は一般的にガウシアン型となる。レーザ強度を均一化する方法として、回折光学素子(DOE)を用いる方法⁵⁾があるが、高額であり、高いアライメント精度が要求される、集光形状があらかじめ設計された形状に限られる、透過レーザ出力の低下などといった問題がある。そこで、本研究では24個のファイバーカップル半導体レーザを用いた集光光学系を開発した。本手法では、24本のファイバーのコアを像転送し、ラインビームを形成する。この時、それぞれのスポットが重なるように制御することで強度が一様なフラットトップビームが形成される。本方式は、像転送によってフラットトップビームを形成するため、ファイバーの位置決め精度の裕度が高い、集光スポットの位置を制御することでラインビームに限らず様々な形状のパターンが自由に形成可能、レーザ出力の損失が生じないといった利点がある。また、それぞれのファイバーカップル半導体レーザは独立しているため、各素子が破損した際には、その素子のみを交換すれば修理が可能といった工業的な利点がある。

3.2 レーザスポット重畳によるフラットトップビームの形成概念

粉末の凝集を抑制するためには、レーザ強度が低下していく領域(Region A および C)を小さくすることが重要である。第 2 章では銅のスリットを用いてこの領域の幅を低減した。本方式で、この領域の幅を低減するためには、それぞれのレーザスポットがガウシアン型であると仮定すると、ビーム径が第 2 章で銅のスリットを用いて得られたビームの Region A および C 以下程度であることが必要である。第 2 章で得られ Region A および C の幅は約 400 μm であった。このため、本方式では Region A および C が 400 μm 以下となるように集光光学系を設計することが必要である。本方式では、2 倍の倍率でファイバーコア径 105 μm のコアを像転送するため、スポット径は 200 μm となり、粉末の凝集を抑制するためには十分な特性を発揮できると考えられる。

レーザの強度が均一なフラットトップビームを形成するためには、それぞれのスポットの間隔を制御することが重要である。レーザのスポットがガウシアン型であると仮定すると、レーザのスポットが重畳された時の強度分布を計算することができる。ガウシアン型のレーザの強度分布は以下の式で表される。

$$E_s = E_0 \exp\left(-\frac{(r-a_n)^2}{\omega_0^2}\right) \quad (2.1)$$

ここで、 E_s はレーザの強度、 E_0 は原点における強度、 r はビームの中心軸からの距離、 ω_0 はビーム径、 a_n は他のスポットとの距離である。 E_0 を 1、ビーム径を 200 μm として、7 本のビームを重ね、ビームの間隔を変化させた際のレーザの中央の 1 次元強度分布を調べる。ビームの間隔が 50 μm である場合、レーザの強度分布は Fig. 3.1 (a) に示すように山形の形状となる。ビームの間隔を 100 μm とすると、Fig. 3.1 (b) に示すように強度が一様なフラットトップのビームが得られる。ビームの間隔が 150 μm となると、Fig. 3.1 (c) に示すようにレーザの強度分布に強弱が生じる。このことから、ビーム径が 200 μm の場合、間隔は 100 μm が適正であることが分かった。

集光点においてレーザを合成した時に問題となるのが、干渉による強度分布の発生である。レーザはコヒーレンス性が高く干渉性が高いため、集光点において干渉縞が生じる可能性がある。このため、本研究で用いる半導体レーザ

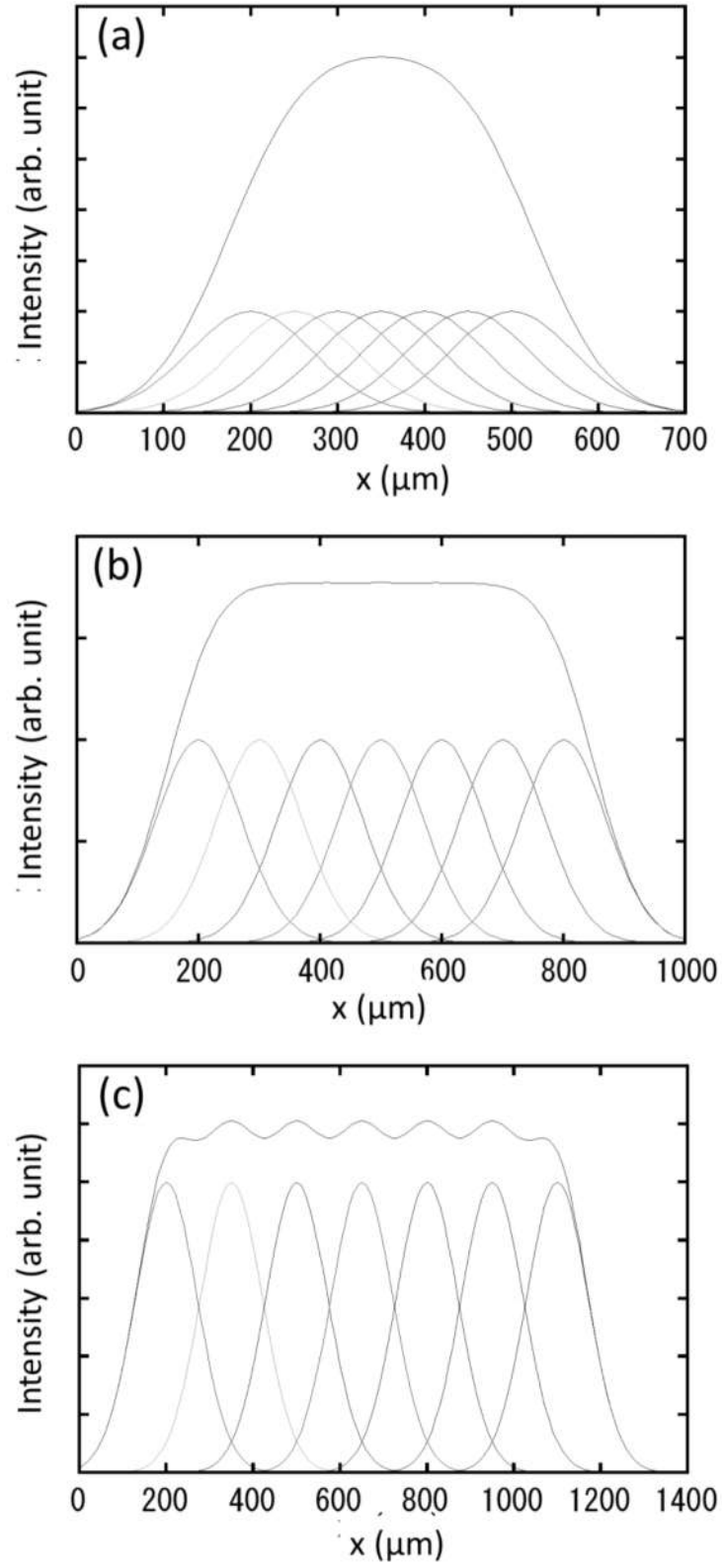


Fig. 3.1 Laser intensity at the focal spot with the space of (a) 50, (b) 100 and (c) 150 μ m.

の可干渉性を調べる必要がある。レーザ光はそれぞれ干渉可能な空間的距離が存在し、これはコヒーレンス長と呼ばれている。コヒーレンス長(**Lc**)は次式のように表される⁶⁾。

$$Lc = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda} \quad (2.1)$$

ここで、 λ は波長、 $\Delta\lambda$ はレーザの波長幅である。このことから、レーザの単色性が優れているほど、コヒーレンス長は長くなることが分かる。**Figure 3.2** にレーザ光の分光結果を示す。この結果から、本研究で用いた半導体レーザは中心波長および波長幅がそれぞれ 915 nm および、10 nm であるため、式(2.1)より **Lc** は 92 μm となる。この結果から、ファイバー端から焦点までの位置は **Lc** より十分に長いため、干渉は生じないと考えられる。そこで、次節では上述した性能を満たすよう集光光学系の設計を行う。

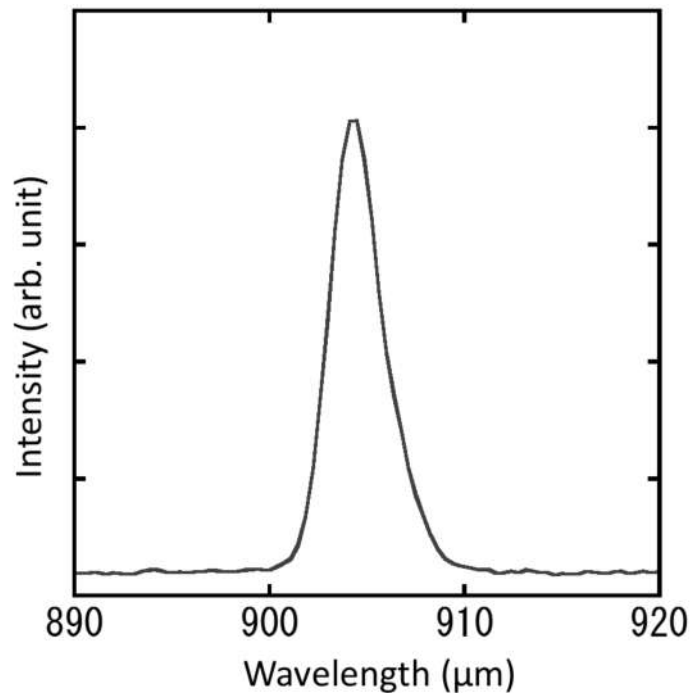


Fig. 3.2 Wavelength of diode laser.

3.3 フラットトップビーム集光光学系の設計

3.2 節で述べたように、コア径 $105\ \mu\text{m}$ のファイバーを用いて像転送の倍率が 2 倍となる集光光学系の設計を行う。第 2 章で用いたレーザと比較するために、目標とするレーザのラインスポットの長辺を $2500\ \mu\text{m}$ する。そこで、24 個のスポットを用いた場合の 1 次元強度分布を計算した結果を Fig. 3.3 に示す。この結果から、24 個のスポットを用いることで目標の長さを有するラインスポットが形成可能であることが分かる。24 個のスポットを配置する際、単心のファイバーを用いると、合計で 24 本のファイバーの位置をそれぞれ独自に制御する必要があるため、スポット位置が変化しやすくなる。そこで本研究では、6

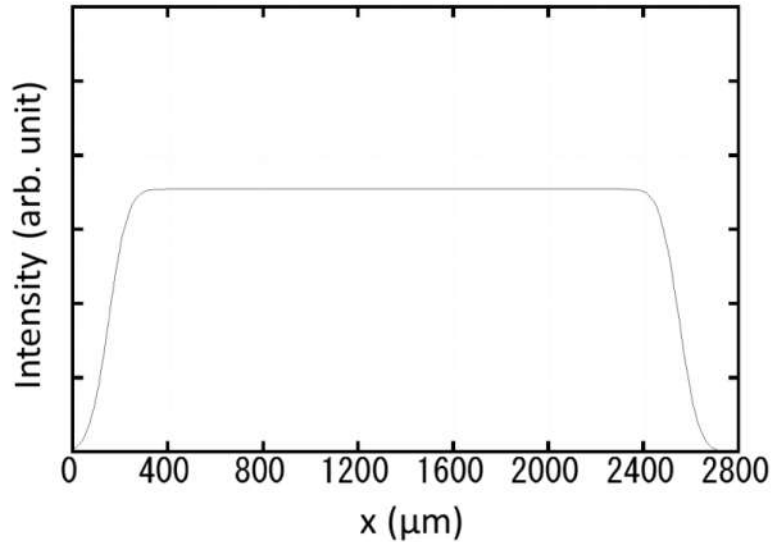


Fig. 3.3 Laser intensity at the focal area with 24 spots.

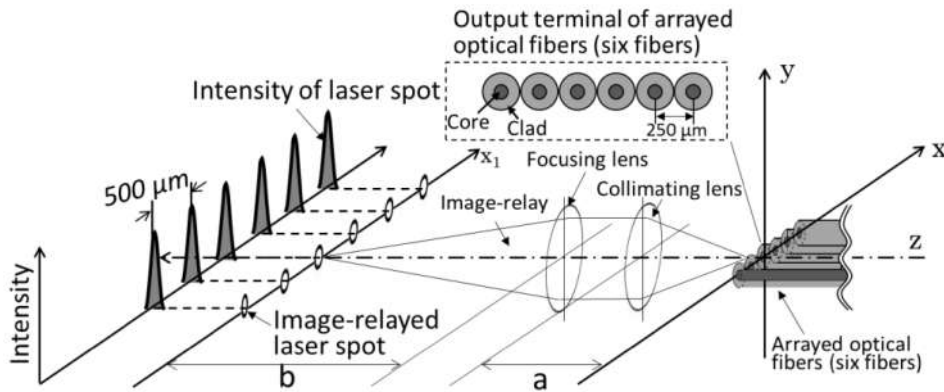


Fig. 3.4 Schematics of image relay system for formation of flat-top beam.

心の多心ファイバーを用いて光学系の設計を行う。6心の多心ファイバーを用いると、4つのファイバーの位置を合わせることでフラットトップビームが形成可能である。Fig. 3.4 に1つの6心のファイバーをx軸上に配置した際の模式図を示す。実験に用いたファイバーカップル半導体レーザの定格出力および波長はそれぞれ 25 W および 915 nm である。ファイバーのコア径および NA はそ

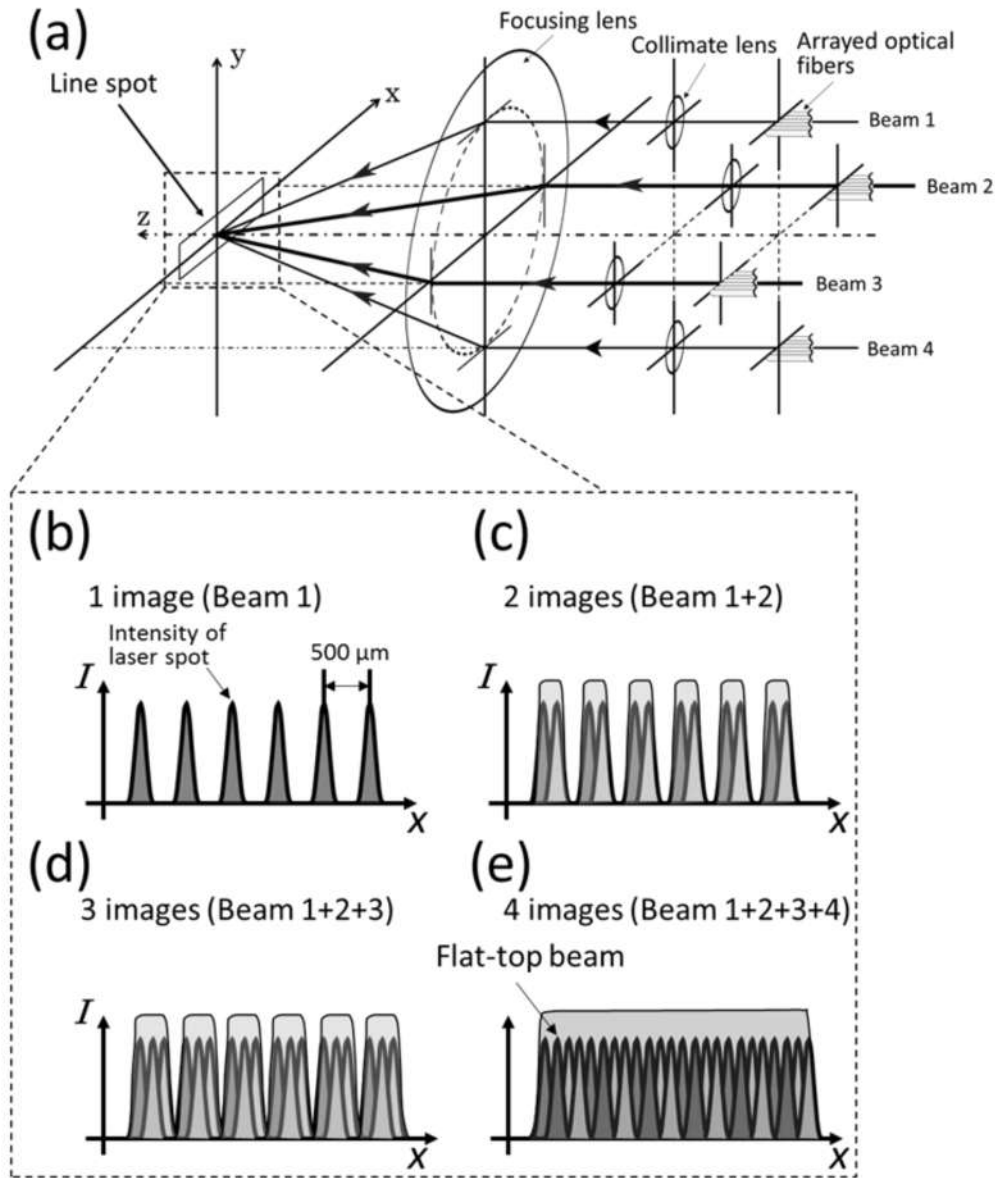


Fig. 3.5 Schematics of (a) focusing unit for formation of flat-top beam (b) laser intensity of Beam 1 (c) laser intensity of Beam 1+2 (d) laser intensity of 1+2+3 (e) laser intensity of 1+2+3+4.

それぞれ $105\ \mu\text{m}$ および 0.15 である。多心ファイバーのコア間隔は $250\ \mu\text{m}$ となっている。多心ファイバーのコアは 2 枚のレンズを用いることで x_1 軸上に像転送される。像転送の倍率を 2 倍にすることで、レーザスポット径の両端の間隔およびスポット径はそれぞれ $2500\ \mu\text{m}$ および $210\ \mu\text{m}$ となる。1 つの多心ファイバーのみを用いた場合は、Fig. 3.4 のようにそれぞれのスポットは独立しており重なり合わない。ここで、Fig. 3.5(a)に示すように 4 つの多心ファイバーを用いるとフラットトップビームが形成可能となる。この集光光学系は、4 つの多心ファイバー(Beam 1, 2, 3, 4)、コリメートレンズおよび集光レンズによって構成される。コリメートレンズの焦点距離および直径はそれぞれ 40 mm および 15 mm である。また、集光レンズの焦点距離および直径はそれぞれ 80 mm および 50 mm である。コリメートレンズおよび集光レンズとして、球面収差およびコマ収差が小さくなるようアクロマティックレンズを用いている。ここで、Beam 1 のみを用いると、集光点におけるレーザの強度分布模式図は Fig. 3.5 (b)のようになる。ここで残りの Beam 2,3,4 の x 軸上の位置を制御して像転送することで、Figs. 3.5 (c)、(d)および(e)に示すようにレーザ強度が合成されフラットトップビームが得られる。この時、それぞれのスポット間隔は 3.2 節で求めたように $100\ \mu\text{m}$ となるように位置制御を行った。

3.4 集光光学系の評価

ここでは、3.3 節で設計した集光光学系の評価を行う。集光点におけるレーザスポットのビーム形状および線 a 上のビームの強度分布を Fig. 3.6(a)およ

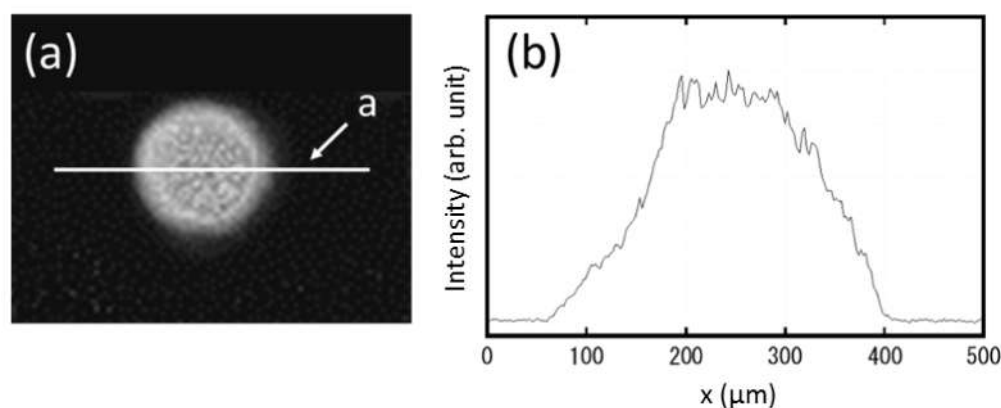


Fig. 3.6 Spatial beam profile of (a) single spot and (b) intensity on line a.

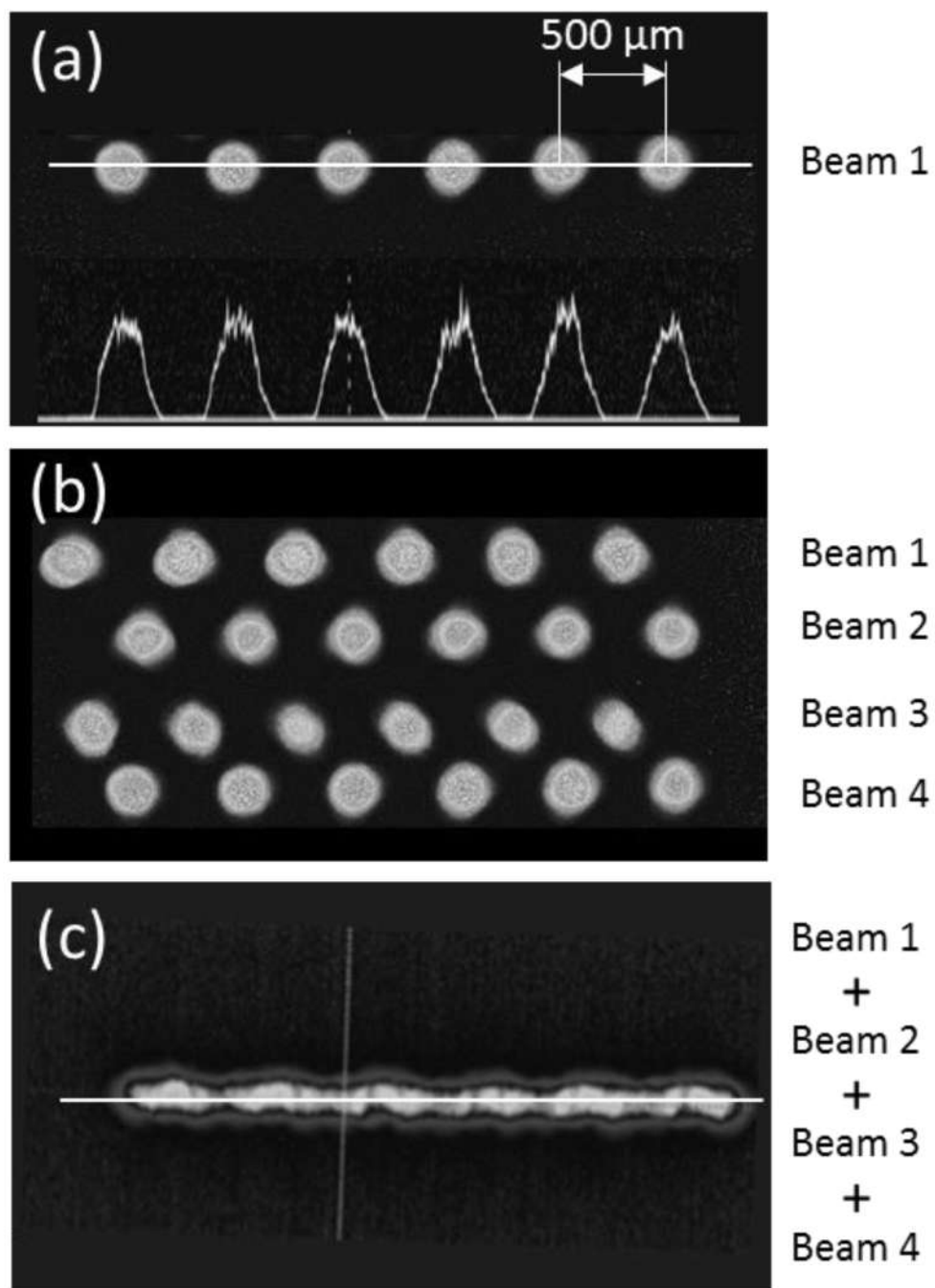


Fig. 3.7 Spatial beam profile of (a) Beam 1 (b) Beam 1 + Beam 2 + Beam 3 + Beam 4 before superposition and (c) after superposition.

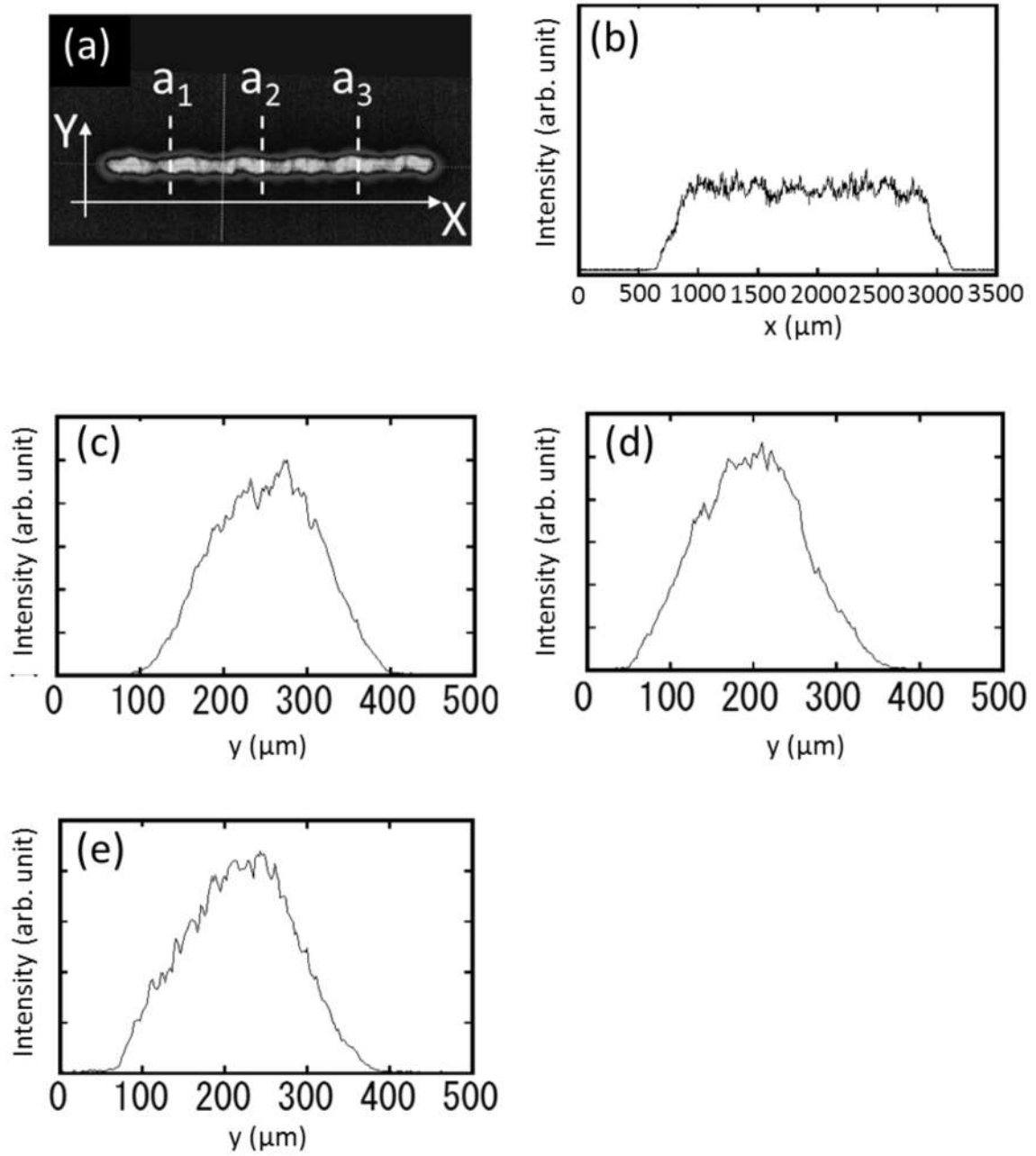


Fig. 3.8 Two-dimensional views of the laser beam profile and (b) an X-axis cross section profile. Y-axis cross section profiles at a_1 , a_2 , and a_3 in (b) are shown in (c), (d), and (e), respectively.

び(b)それぞれ示す。この結果から、合成前のビームスポットの形状は円形であり、ビーム径は約 $220\ \mu\text{m}$ であることが分かった。次に、Figure 3.7(a)に Beam 1 のみの焦点位置におけるビームプロファイルを示す。この結果から、それぞれのビームスポットの間隔は $500\ \mu\text{m}$ であることが分かった。Beam 1 に Beam 2, 3, 4 をそれぞれ足し、合成前のプロファイルを Fig. 3.7 (b)に示す。これら Beam 1, 2, 3, 4 を集光点で合成することで Fig. 3.7 (c)に示したようなフラットトップビームを得ることができた。集光点におけるレーザスポットの大きさは、 $2600\ \text{k}\ \mu\text{m} \times 300\ \mu\text{m}$ の矩形となった。Figs. 3.8 (a) にレーザスポットの x 軸、(b)、(c) および (d) にレーザスポットの x 軸および y 軸断面の強度分布をそれぞれ示す。この結果から、y 軸のレーザ強度分布はガウシアン型に近いことが分かった。これは y 軸方向にはレーザスポットが合成されていないためである。x 軸方向の強度分布はフラットトップ型になっていることが分かった。これは、それぞれのスポットが干渉を起こさず合成されたため、強度分布が一樣となったと考えられる。また、それぞれのスポット径が $220\ \mu\text{m}$ と小さいためレーザ強度が低下していく領域 (Region A, C) が小さいことが分かる。レーザ強度が一樣な領域 (Region B) の長さは $2000\ \mu\text{m}$ 、Region A および C は $270\ \mu\text{m}$ であった。第 2 章で得られたレーザの Region A および C ($400\ \mu\text{m}$)と比較して十分短いため粉末の凝集が抑制されると考えられる。

3.5 開発したレーザの評価

開発したレーザ装置の評価を行った。Fig. 3.9 に装置外観写真を示す。この装置は電源ユニットおよび半導体素子ユニットに分かれている。半導体素子ユニットにはそれぞれ 6 個ずつ半導体レーザが積まれており、このユニットが 4 つ組み合わせり合計 24 の半導体レーザが積まれている。使用した半導体素子は 3.4 節で示したように定格出力 $25\ \text{W}$ 、コア径 $105\ \mu\text{m}$ である。半導体レーザは加工ヘッドまでファイバー伝送されており、Fig. 3.10 に示すような加工ヘッドに導光されている。加工ヘッドで集光されたビームプロファイルが 3.5 節に示したとおりである。この装置の電流-出力特性を Fig. 3.11 に示す。レーザの出力は、電流値に対してリニアに増加しており、電流値が $12\ \text{A}$ の時

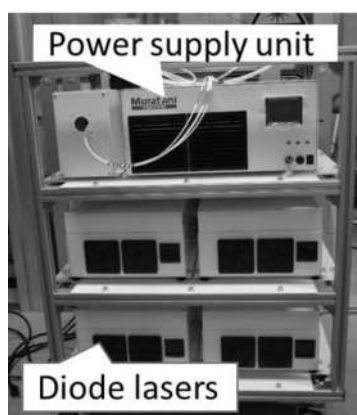


Fig. 3.9 Optical image of diode laser with flat-top beam.

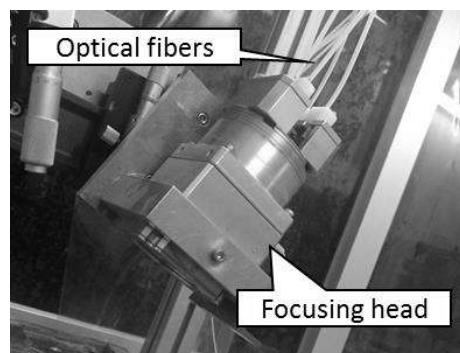


Fig. 3.10 Focusing unit for formation of flat-top beam.

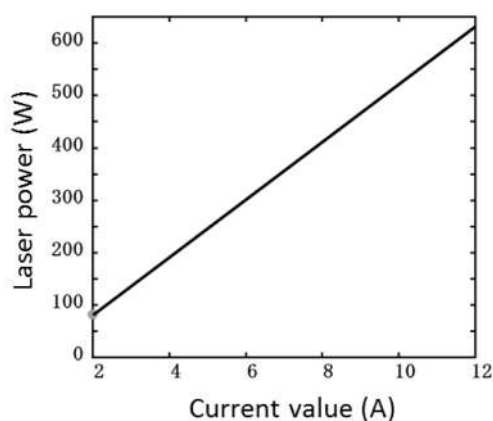


Fig. 3.11 Output power as a function of current.

に、出力が約 600 W となることが分かった。このことから、開発したレーザはエネルギーの損失がほとんどなく、高効率であることが示された。

3.6 まとめ

フラットトップビームを形成するために、24 本のファイバーカップル半導体レーザを用いた集光光学系の開発を行った。フラットトップビームを形成するために、ファイバーのコアを像転送し、重ね合わせる手法を提案した。このとき、像転送され形成されたレーザスポットの直径が $200 \mu\text{m}$ であるとき、スポットの間隔が $100 \mu\text{m}$ となるようにスポットを重ね合わせることでフラットトップビームが形成可能であることを示した。この計算結果を基に、集光光学系を設計した結果、レーザ強度が一様な領域の長さは $2000 \mu\text{m}$ 、レーザ強度が低下していく領域は $270 \mu\text{m}$ のフラットトップビームが形成された。

参考文献（第 3 章）

- 1) S. Barnes, N. Timms, B. Bryden and I. Pashby, “High power diode laser cladding”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 138, (2003), 411-416
- 2) S. Santhanakrishnan, F. Kong and R. Kovacevic, “An experimentally based thermo-kinetic hardening model for high power direct diode laser cladding”, Vol. 211, (2011), 1247-1259
- 3) H. Michael, J. C. Támara, S. Mathews, B. Benjamin, A. Hegetschweiler, R. Kautenburger, M. Solioz, and F. Mücklich, “Laser cladding of stainless steel with a copper–silver alloy to generate surfaces of high antimicrobial activity”, *Applied Surface Science*, Vol. 320, (2014), 195-199
- 4) R. Li, Z. Li, J. Huang and Y. Zhu, “Dilution effect on the formation of amorphous phase in the laser clad Ni–Fe–B–Si–Nb coatings after laser remelting process”, *Applied Surface Science*, Vol. 258, (2012), 7956-7961
- 5) C.Y. Konga, M. Boluta, J. Sundqvistb, A.F.H. Kaplanb, E. Assunçãoc, L. Quintinoc and J. Blackburna, “Single-pulse Conduction Limited Laser Welding Using A Diffractive Optical Element”, *Physics Procedia*, Vol. 83, (2016), 1217-1222
- 6) M. Born and E. Wolf, 草川徹, 横田英嗣 共訳, “光学の原理Ⅲ”, 東海大学出版会 (1975) 第 10 章

第4章 フラットトップビームによる粉末の凝集の抑制

4.1 はじめに

レーザクラディングにおいて、集光点におけるレーザの強度分布が重要であることが第2章で示された。そこで、本章では第3章で設計したフラットトップビームを用いて、集光点におけるレーザの強度分布制御による皮膜特性の向上を目的とする。第2章で示したように、レーザの強度分布がガウシアン型のような均一でない場合は、レーザの両端部において粉末の凝集が生じてしまう。これが原因となって、皮膜特性の低下が生じることが明らかとなった。そこで、銅スリットを用いてレーザの強度が低下する領域をカットすることで皮膜特性の向上を行った。しかしながら、形成された皮膜のビッカース硬さは、粉末の保証する値を下回るものであった。これは、銅スリットを用いた場合では、銅スリットと粉末との隙間においてビームが広がりを持ってしまい、凝集が完全に抑制されなかったためであると考えられる。これに対して、第3章で開発したフラットトップビームを用いることで、Fig. 4.1(a)に示すように粉末の凝集をより抑制することが可能であると考えられる。粉末凝集が抑制されると、Fig. 4.1(b)に示すように凝集した粉末が存在しないため、Fig. 4.1(c)に示すように基板が直接レーザ照射によって熔融することなく皮膜が形成されると期待される。そこで、本章ではフラットトップビームを用いて Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼基板上に形成する。このとき、レーザの強度分布が第2章で用いたものとは異なるので、同様なパワー密度、レーザ掃引速度においても皮膜に希釈

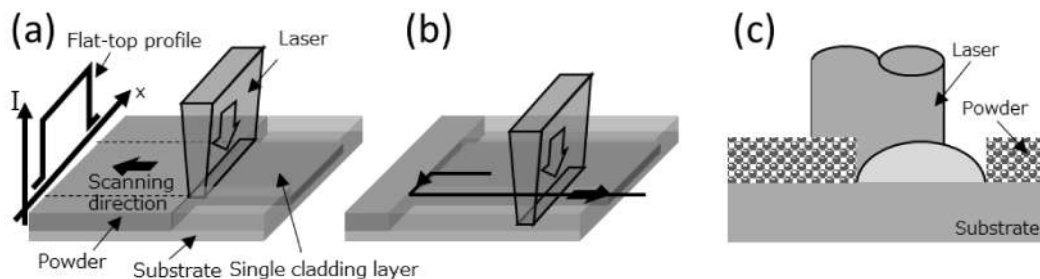


Fig. 4.1 Schematic diagrams of the beam profile effect on cladding layer formation. (a) Schematic diagram of laser scanning. (b) Schematic diagrams of overlapping of laser spot. (c) Cross-section images of overlapping laser spot.

が生じる可能性がある。そこで、フラットトップビームを用いた場合においてもパワー密度、レーザ掃引速度およびオーバーラップ率を変化させてレーザ 1 回掃引および 10 mm×10 mm 角の皮膜形成実験を行う。

本章では、第 3 章で開発したフラットトップビームを用いて、パワー密度および掃引速度を変化させて Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼基板上に形成する。高速度カメラを用いて、レーザを 1 回掃引させた際の現象を観察することで、集光点におけるレーザの強度分布が粉末の溶融挙動に与える影響を明らかにする。また、ビームをオーバーラップさせて 10 mm×10 mm の皮膜を形成して皮膜特性に集光点におけるレーザの強度分布が与える影響を明らかにする。皮膜表面および断面を光学顕微鏡観察した。皮膜断面はビッカース硬さを測定して評価した。また、形成された皮膜の残留応力を評価するために、ひずみスキャンニング法によって皮膜の格子面間隔の評価を行った。

4.2 実験方法

皮膜材料として、Ni-Cr-Si-B 合金を用いた。合金の材料塑性は第 1 章で述べたものと同じである。使用した粉末の平均粒径は 55 μm である。基板材料は 304 型ステンレス鋼を用いた。基板の大きさは 50 mm^w×50 mm^l×3 mm^tとした。レーザクラッディングの実験装置の模式図を Fig. 4.2 に示す。この装置は、フラットトップビームを有する半導体レーザ、XY ステージ、ハイスピードビデオカメラ及びメタルショートアークランプで構成されている。フラットトップビームを有する半導体レーザは第 3 章で開発したものをを用いており、集光スポットは Fig. 4.3 に示すように、長径及び短径が 2600 μm ×300 μm の矩形ビームである。最初に、レーザ出力及び掃引速度を変化させて、レーザを一回掃引させることで皮膜形成を行った。レーザを一回掃引させて皮膜を形成した際の条件はレーザのパワー密度を $3.9\sim6.3\times10^4\text{ W/cm}^2$ 、掃引速度を変化させることで入熱量を 150~250 J/cm で変化させた。入熱量 E は次式で表すように定義した。

$$E = \frac{P}{v} \quad [1]$$

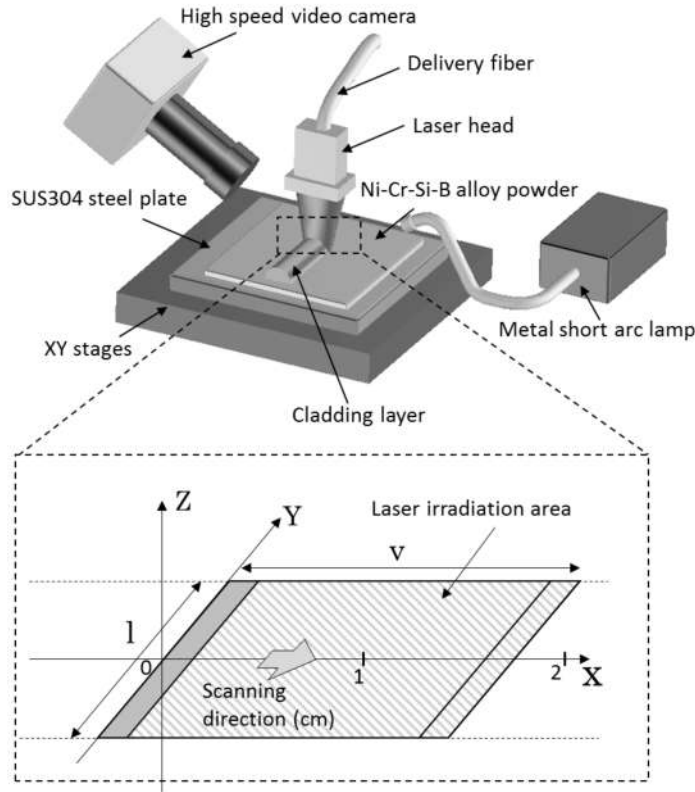


Fig. 4.2 Schematic diagram of experimental setup.

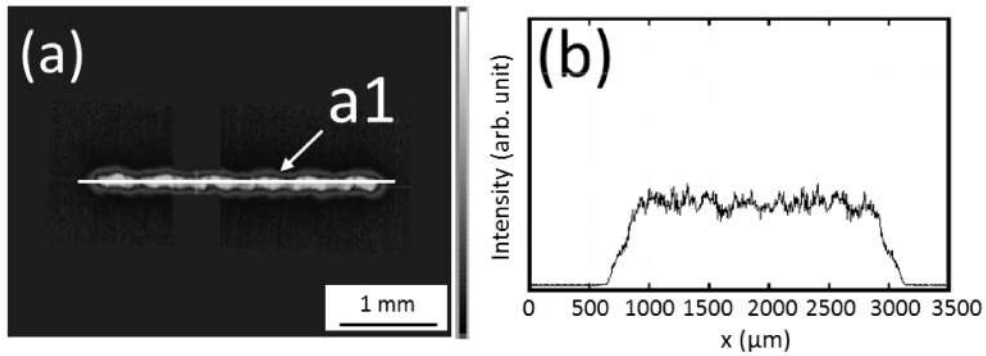


Fig. 4.3 Beam profile at the focal point.

ここで、 $E(\text{J/cm})$ は入熱量、 $P(\text{W})$ はレーザ出力、 $v(\text{cm/s})$ は掃引速度である。本論文では、レーザの長径 $l(\text{cm})$ を変化させないためフルーエンス(J/cm^2)を用いず入熱量を使用している。これは、Fig. 4.2 に示されるようにフルーエンスは $F=P/(vl)$ で示されるが、 $1/l$ は一定であるためである。粉末の溶融挙動は高速カメラを用いて 1000 fps で撮影した。この時撮影は Fig. 4.4 に示すようにレーザの掃引方向に対して垂直方向、xy 平面から 30° の角度で撮影した。形

成した皮膜の格子面間隔変化は、Fig. 4.5 に示すような装置を用いてひずみスキャニング法によって測定した。放射光のエネルギーは 69.89 keV とし、測定回折面は Ni 220 とした。次に、レーザをオーバーラップさせて照射し、10×

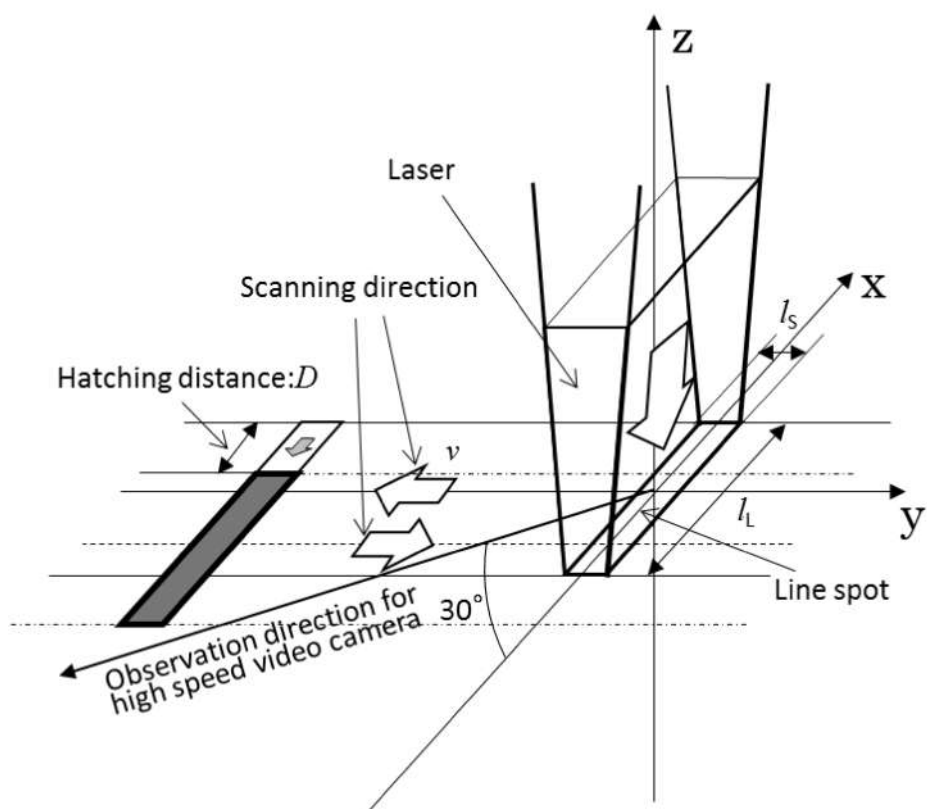


Fig. 4.4 Schematic of laser scanning method and observation direction.

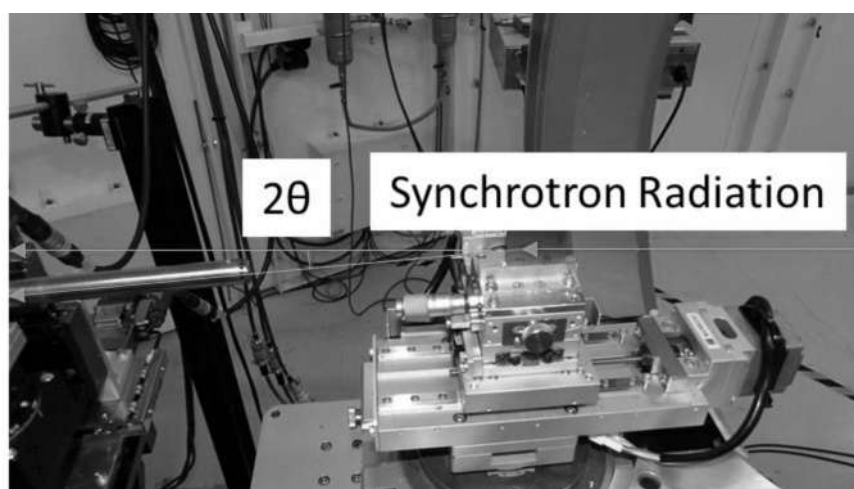


Fig. 4.5 Optical image of strain scanning method

10 mm の皮膜を形成した。レーザをオーバーラップさせて照射した時の、照射方法の模式図は Fig. 4.4 に示したように、XY ステージ上に 304 型ステンレス鋼基板を固定し、そのステージを制御することで、ビームの短径方向にレーザ集光スポットを掃引した。短径方向に 10 mm 掃引後、ビーム長径方向にシフトした後、再びビーム短径方向に集光スポットを掃引させた。ここで、ビームがシフトした時の集光スポットの重なり率をオーバーラップ率とした。オーバーラップ率は、ビームの長径を l_L 、ビームの移動量を D とした時、 $\text{Overlap rate}=(D-d)/D \times 100 (\%)$ として計算した 10 mm×10 mm の皮膜はオーバーラップ率を 30～90% で変化させて形成した。皮膜の評価として、表面及び断面を光学顕微鏡によって観察を行い、荷重 0.5 N で皮膜の断面深さ方向のビッカース硬さを測定した。SEM-EDX により皮膜中の元素マッピングを行った。XRD により、皮膜中の析出物の相を同定した。

4.3 実験結果および考察

4.3.1 一回掃引による皮膜形成

フラットトップビームを有する半導体レーザのパワー密度を 3.9、4.5、5.1、5.7 および $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ 一回掃引させて形成した皮膜の表面観察結果をそれぞれ Fig. 4.6, 4.7, 4.8, 4.9 および 4.10 に示す。このとき、入熱量は 25 J/cm ずつ変化させた。この表面写真に対応する、皮膜の断面観察結果を Fig. 4.11, 4.12, 4.13, 4.14 および 4.15 に示す。これらの結果から、フラットトップビームを有する半導体レーザを用いた場合においても、パワー密度が 3.9 および $4.5 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ で入熱量が 150、175 J/cm の条件においては、溶融した粉末が基板上で濡れ広がっておらず皮膜が形成されないことが明らかとなった。また、入熱量が 200 J/cm 以下の条件においては、皮膜の両端部において球状に凝固した材料が観察された。これは、入熱量が低いため熱伝導によってレーザ照射部の温度均一に増加させることができていないためであると考えられる。また、断面観察の結果から、パワー密度が $4.5 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ 以上で入熱量が 225 J/cm 以上の条件においては基板に対して皮膜が溶けこんでいることが観察された。この時皮膜の溶込み形状は、第 2 章で得られた結果とは異なり中央部ではなく、膜全体が均一に溶け込んだ形状であった。これは、レーザのパワー密度が均一であるため

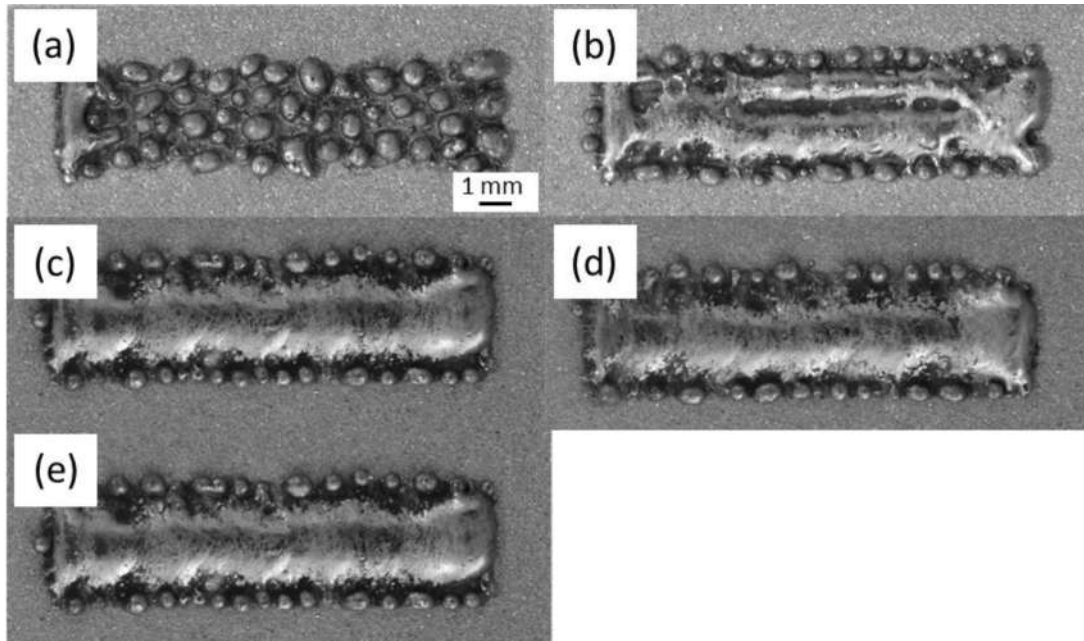


Fig. 4.6 Optical images of cladding layer surface at the power density of $3.9 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

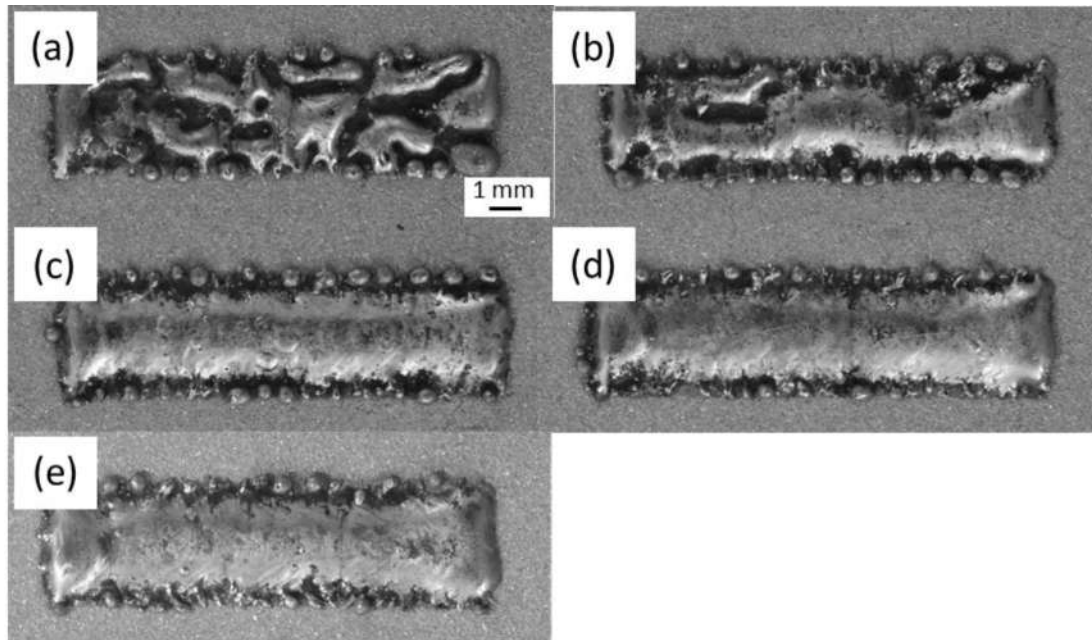


Fig. 4.7 Optical images of cladding layer surface at the power density of $4.5 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

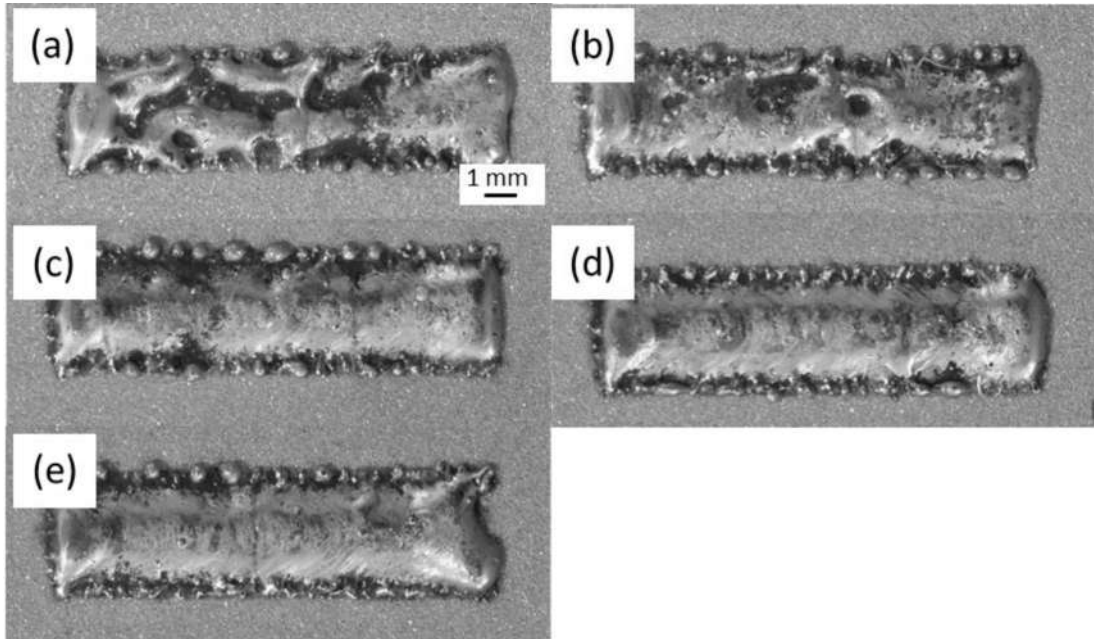


Fig. 4.8 Optical images of cladding layer surface at the power density of $5.1 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

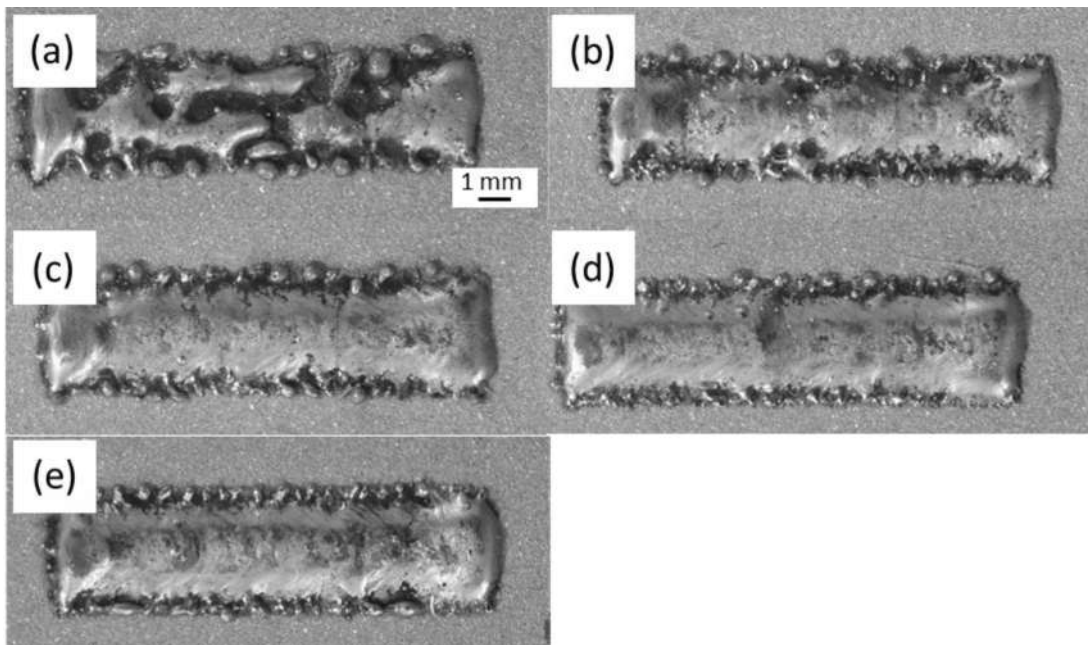


Fig. 4.9 Optical images of cladding layer surface at the power density of $5.7 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

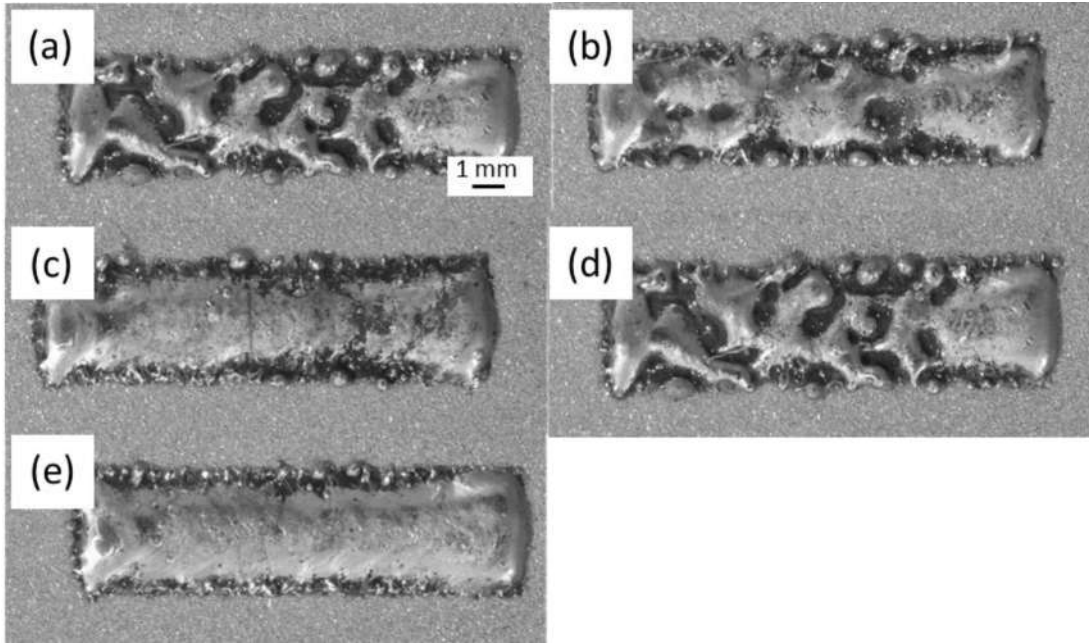


Fig. 4.10 Optical images of cladding layer surface at the power density of $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

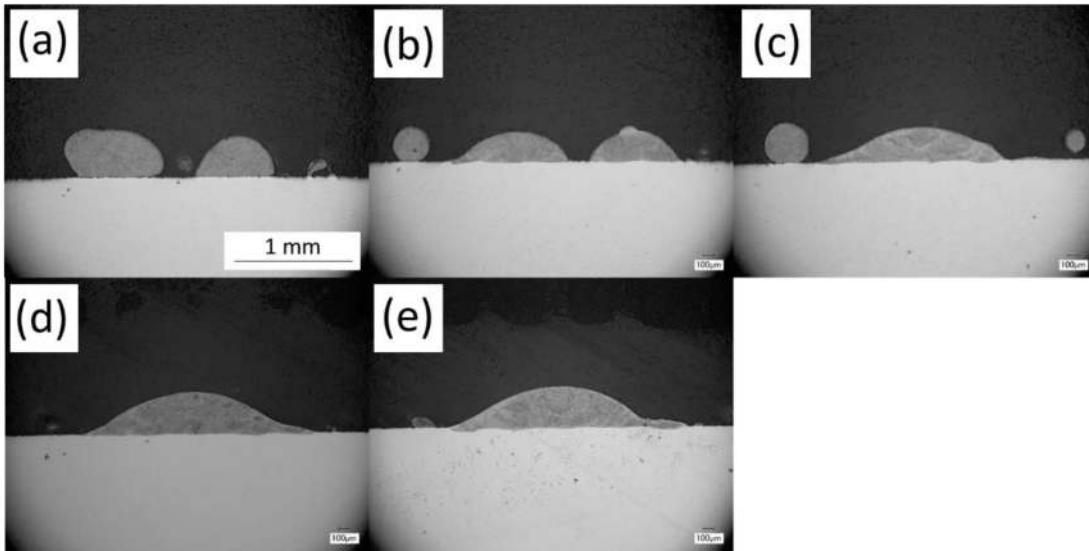


Fig. 4.11 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $3.9 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

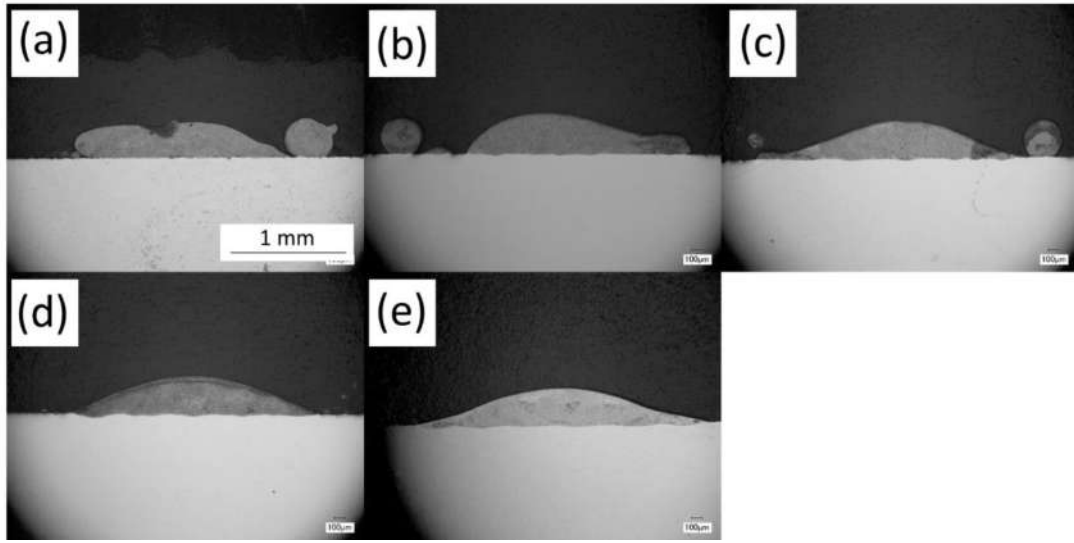


Fig. 4.12 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $4.5 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

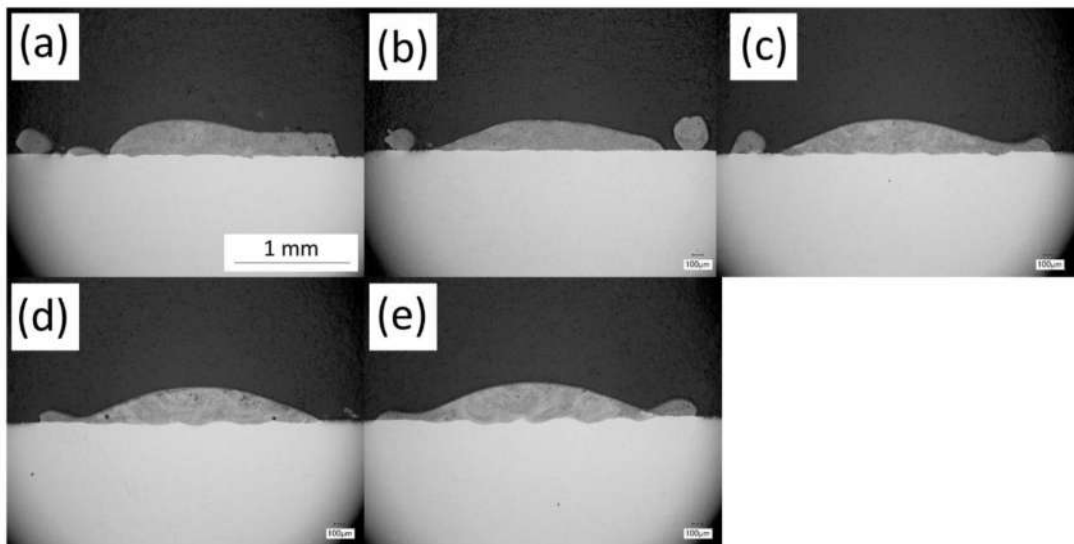


Fig. 4.13 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $5.1 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

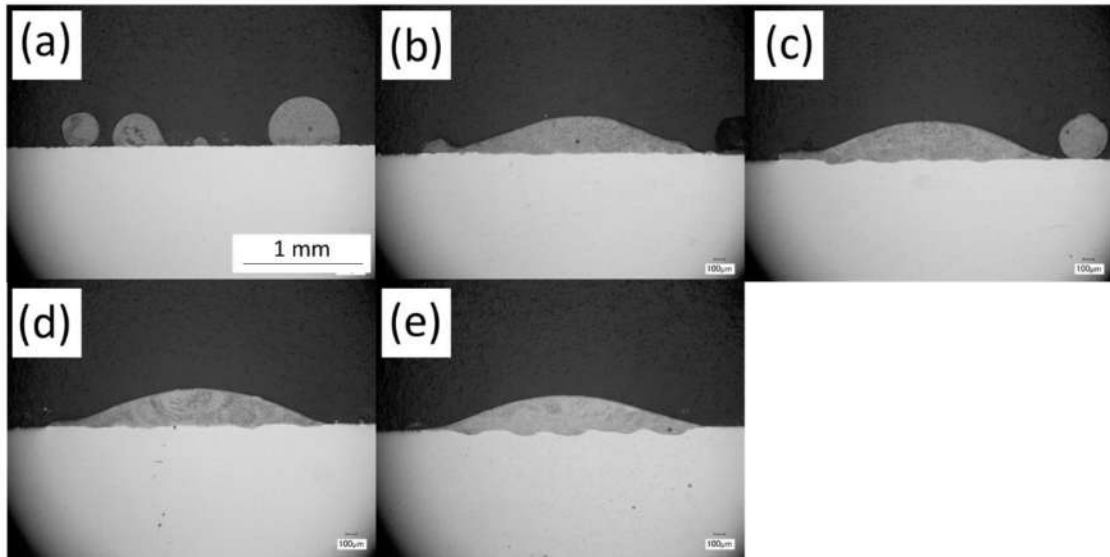


Fig. 4.14 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $5.7 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

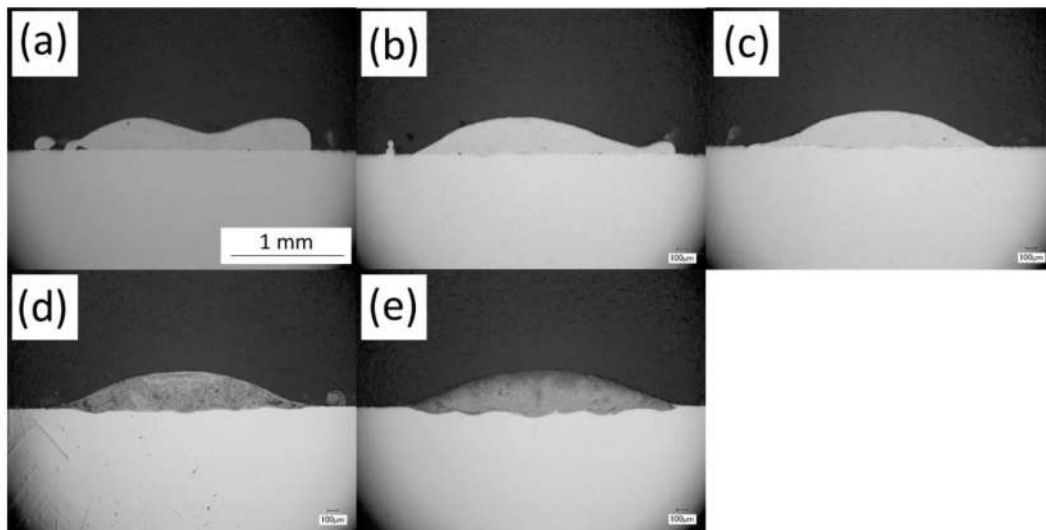


Fig. 4.15 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

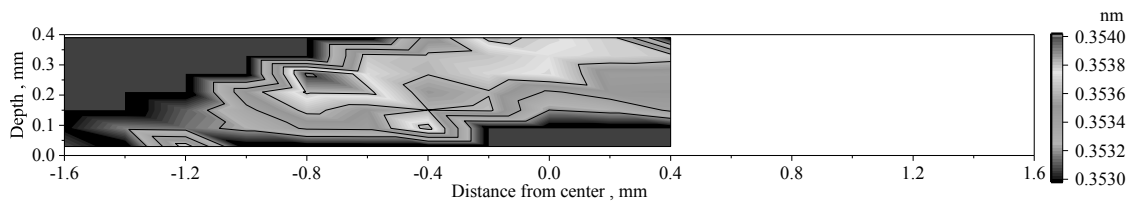


Fig. 4.16 Lattice spacing of cladding layer.

であると考えられる。これらの結果から、パワー密度および入熱量をそれぞれ制御することで希釈が小さな皮膜が形成可能な条件が明らかとなった。

Fig.4.16 にひずみスキャン法により格子面間隔を測定した結果を示す。この結果から、表面付近近傍部において格子面間隔が大きくなっていることがわかる。このことから、皮膜表面付近で引張りの残留応力がもっとも大きくなっていることが示された。これは、基板との界面から溶融した皮膜の凝固が開始し、表面が最後に凝固するため、界面付近と熱膨張係数の差により表面に残留応力が発生したと考えられる。

4.3.2 高速度カメラによる粉末の溶融挙動観察

高速度カメラを用いて粉末の溶融挙動を観察した結果を Fig.4.17 に示す。レーザは画像の中央部に照射されており、右から左に掃引されている。第 2 章で観察した高速度カメラの結果と比較した高速度カメラによる観察結果を Fig.4.17(a) に示す。この結果から、レーザの強度が均一ではないビームを用い

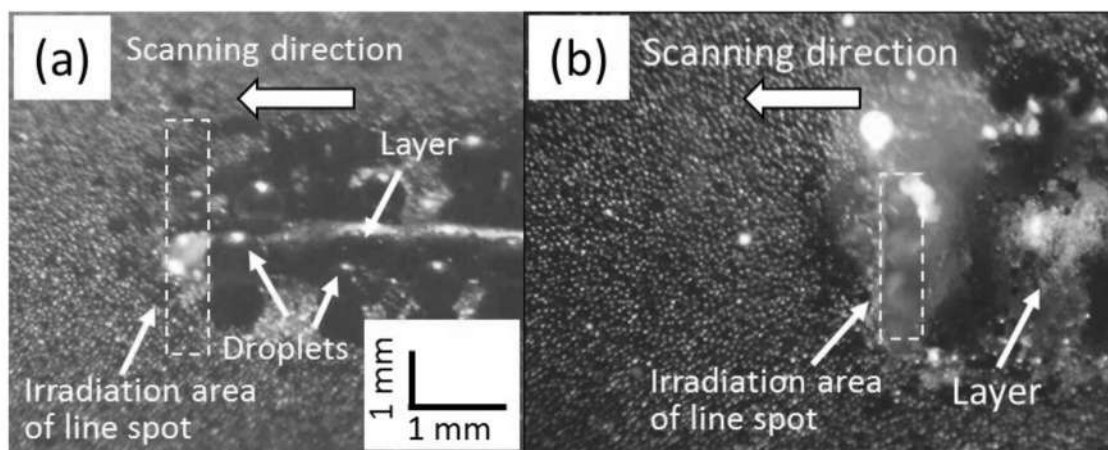


Fig. 4.17 High speed video images of cladding layer formation phenomena with (a) Gaussian-like and (b) flat-top beam.

ると、粉末の凝集が生じるのに対して、フラットトップビームを用いることで、Fig.4.17 (b)に示すように静置された粉末はレーザが通過後も凝集が生じていないことが分かる。この結果から、レーザの強度分布を制御することで粉末の凝集が抑制されていることが分かる。これは、レーザの強度が低下していく領域が粉末の粒径に対して十分に小さいためであると考えられる。このことから、粉末の凝集はレーザの強度が低下していく領域において生じることが明らかとなった。

4.3.3 複数回レーザ掃引による皮膜形成結果

4.3.2 節の結果から、フラットトップビームを用いることで粉末の凝集が抑制可能であることが明らかとなった。このことから、複数回レーザ掃引によって皮膜を形成した際の皮膜特性が向上することが期待される。しかしながら、フラットトップビームを用いても 4.3.1 節の結果から分かるように、皮膜の両端部に凝集した粉末が発生する条件があることが分かった。このため、複数回レーザ掃引する場合においてもレーザのオーバーラップ率、パワー密度および掃引速度を変化させて皮膜形成実験を行う必要がある。希釈が発生しなかった条件である、パワー密度が $5.1 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ 、入熱量が 200 J/cm の条件で、オーバーラップ率を 30～90%で変化させて形成した皮膜の表面および断面光学顕微鏡観察結果を Fig. 4.18 に示す。この結果から、オーバーラップ率が低い条件においては、皮膜表面の凹凸が大きく、皮膜が形成されていない領域が発生していた。これは、レーザが皮膜を溶かす回数が少ないため十分に溶融した粉末が、すでに形成された皮膜と融合しなかったためであると考えられる。Fig. 4.19 にオーバーラップ率を変化させた際の皮膜の R_a のグラフを示す。この結果からオーバーラップ率が 30%の条件では非常に R_a が大きいことが分かる。これは、前述した融合不良のためであると考えられる。オーバーラップ率が 40%以上の条件では、ほぼ線形に R_a が低下していくことが分かった。これは、レーザが複数回皮膜を溶かすことにより、溶融した皮膜が表面張力によって平滑になっていったためであると考えられる。次にオーバーラップ率を変化させた際の皮膜のビッカース硬さおよび Fe 濃度の変化のグラフを Fig 4.20 に示す。皮膜のビッカース硬さは、粉末の保証するビッカース硬さ(810 HV)に対する皮膜の硬さの割合としており、 $V_{\text{layer}}/V_{\text{powder}}$ として表している。この時 V_{layer} および V_{powder} はそれぞれ

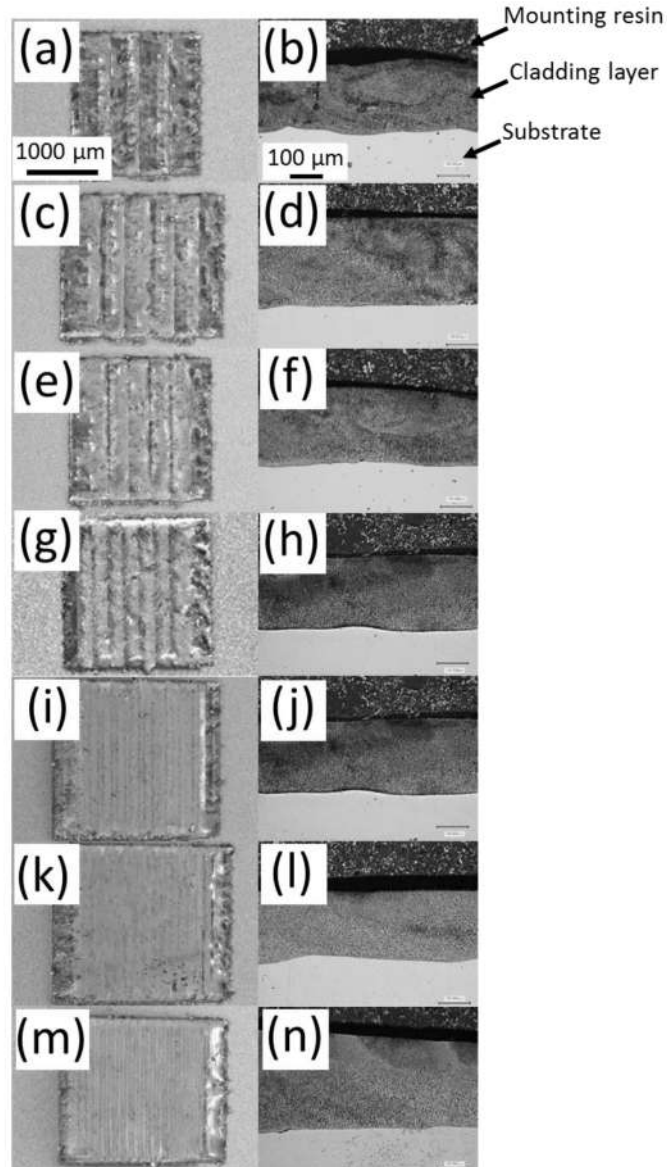


Fig. 4.18 Optical images of cladding layer surfaces formed with overlap ratio of (a) 30%, (c) 40%, (e) 50%, (g) 60%, (i) 70%, (k) 80% and (m) 90%. Cross sections of the cladding layers of (a), (c), (e), (g), (i), (k) and (m) are shown in (b), (d), (f), (h), (j), (l) and (n), respectively.

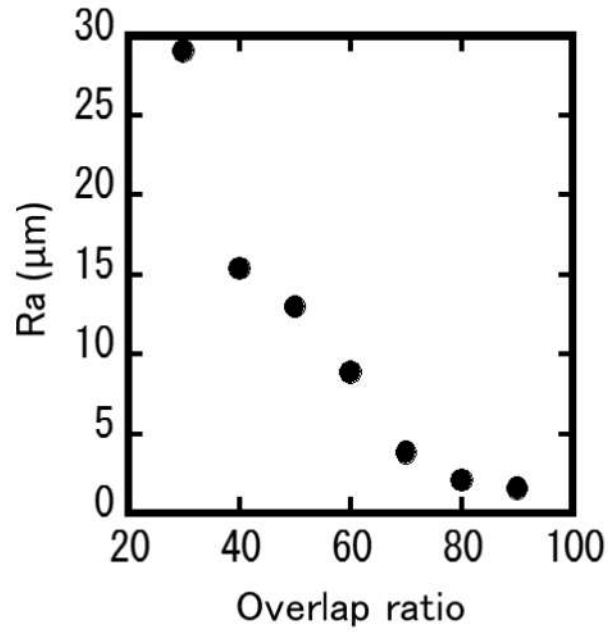


Fig. 4.19 Variation of surface roughness (Ra) as a function of overlap ratio.

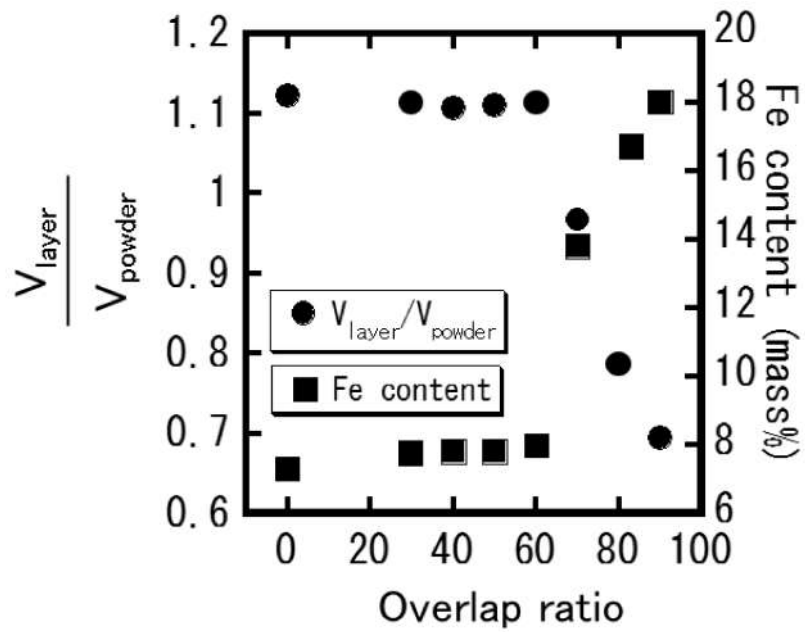


Fig. 4.20 Variation of $V_{\text{layer}}/V_{\text{powder}}$ and Fe content as a function of the overlap ratio.

皮膜および粉末のビッカース硬さを示している。この結果から、オーバーラップ率が 60%まではビッカース硬さが比較的变化が少なく粉末の保証する硬度の皮膜が形成されていることが分かる。オーバーラップさせて 70%以上になるとビッカース硬さが低下し始め、同時に Fe 濃度も増加し始めることが分かった。これは、オーバーラップ率が過剰となるとレーザのエネルギーが皮膜を溶融するのみならず基板を溶融するのに使用されるためであると考えられる。この結果から、表面が平滑で希釈の小さい皮膜を形成するためには、オーバーラップ率を 60%程度であることが有効であると考えられる。そこで、オーバーラップ率を 60%で一定として、パワー密度を 3.9、4.5、5.1、5.7 および $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ で入熱量を変化させて形成した皮膜表面観察結果を Fig. 4.21, 4.22, 4.23, 4.24 および 4.25 に示す。入熱量は 150、175、200、225 および 250 J/cm でそれぞれ変化させて皮膜を形成した。これに対応する断面観察結果をそれぞれ Fig. 4.26, 4.27, 4.28, 4.29 および 4.30 に示す。この結果から、パワー密度および入熱量が小さな条件では皮膜表面に凹凸が形成され、皮膜が形成されないことが明らかとなった。これは、粉末が十分に加熱されなかったため、濡れ性が悪くなったからであると考えられる。Fig. 4.31 および Fig. 4.32 にパワー密度および入熱量を変化させた際の Ra およびビッカース硬さのグラフを示す。この結果から、パワー密度および入熱量が増加していくと皮膜の Ra は低下するが同時に希

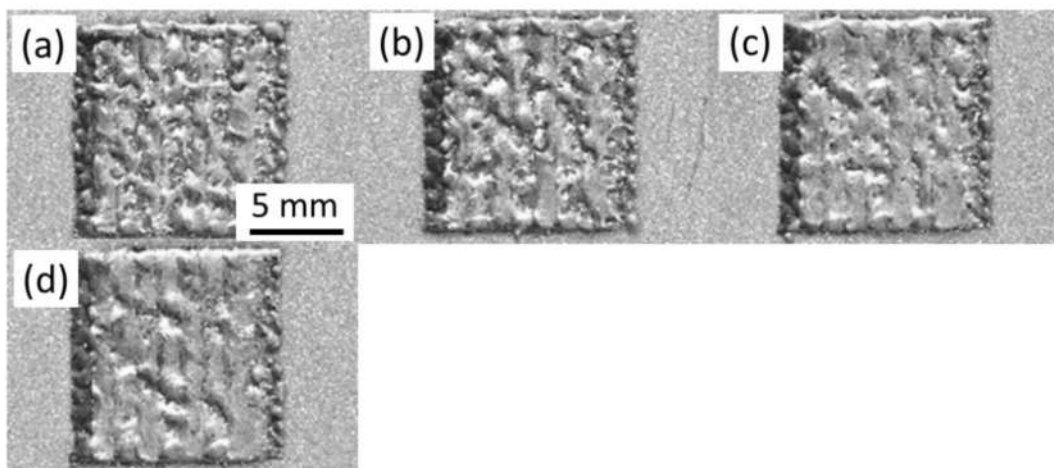


Fig. 4.21 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 150 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

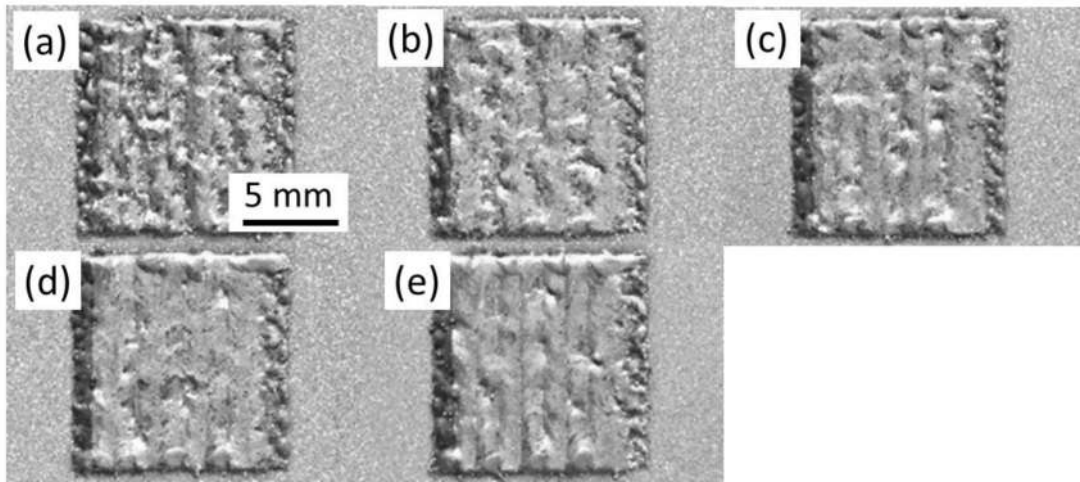


Fig. 4.22 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 175 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

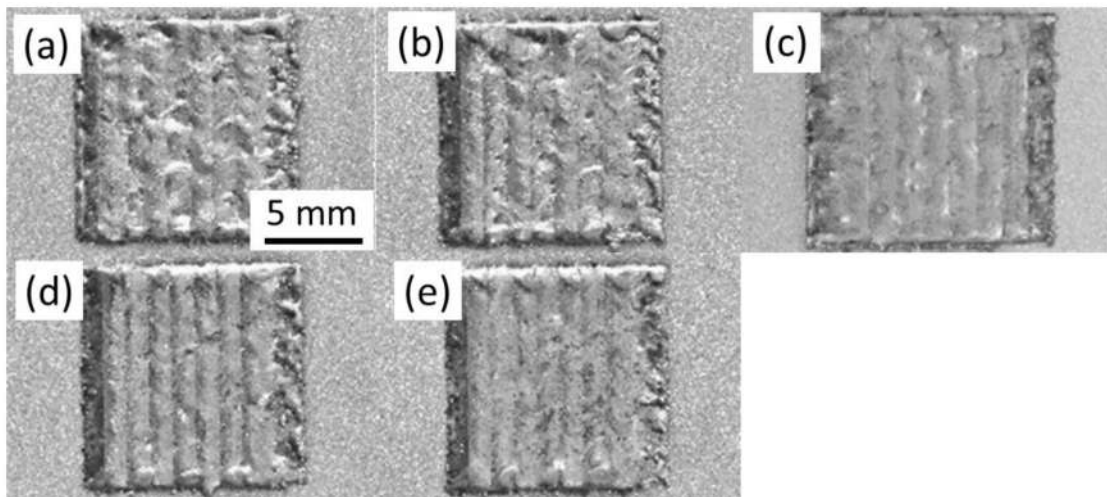


Fig. 4.23 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 200 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

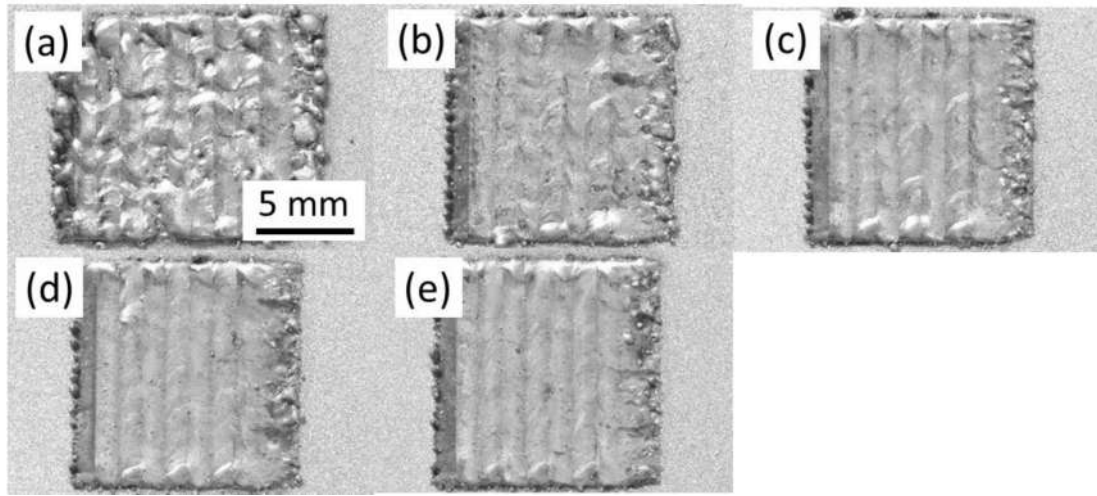


Fig. 4.24 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 225 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

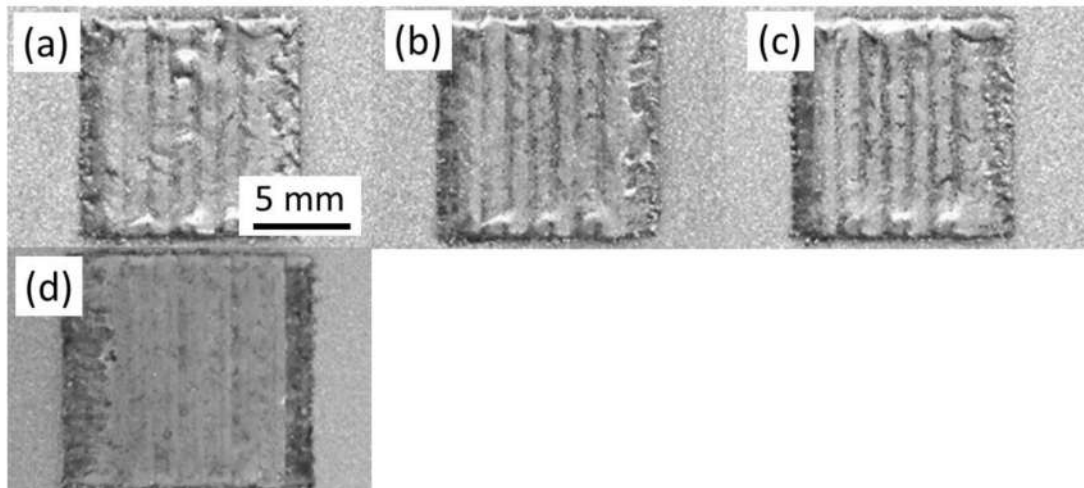


Fig. 4.25 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 250 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

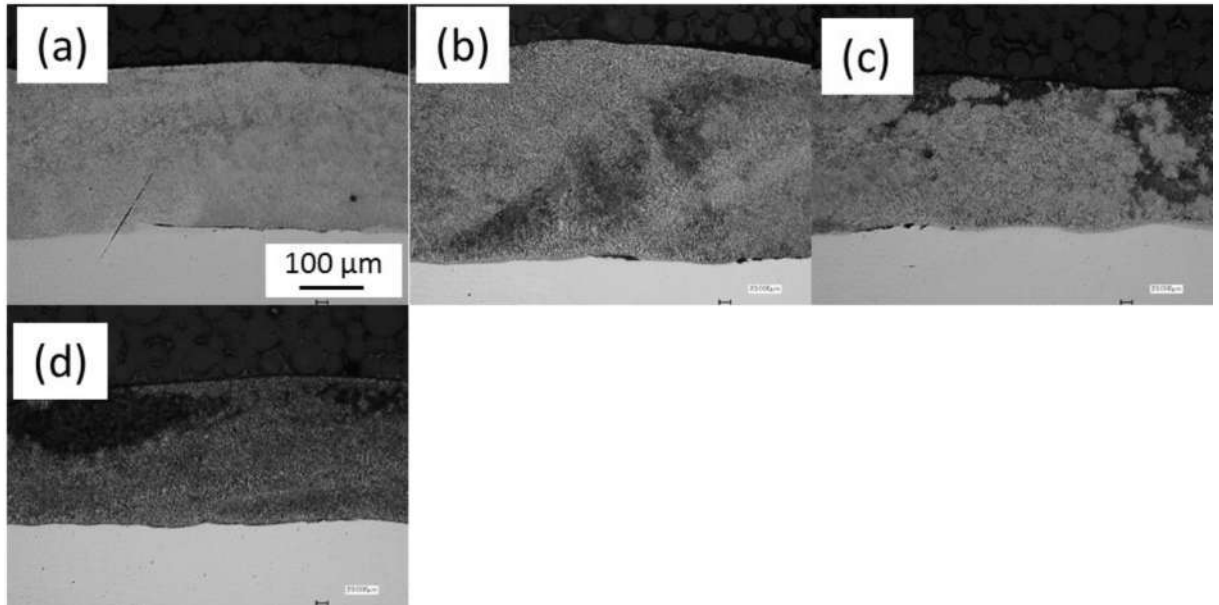


Fig. 4.26 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 150 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

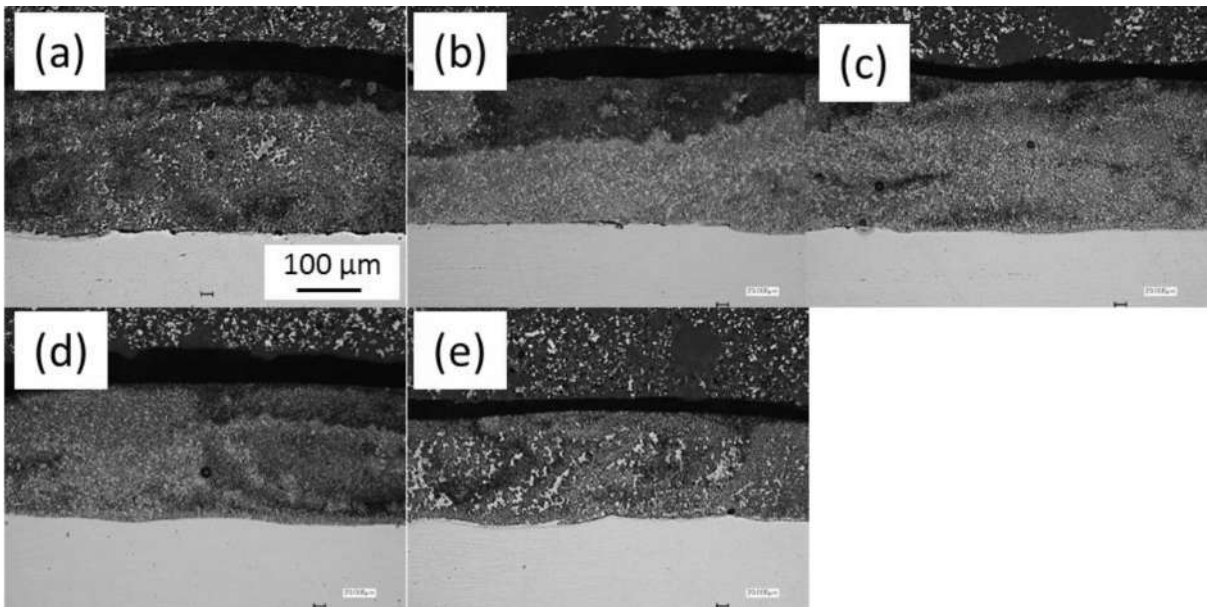


Fig. 4.27 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 175 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

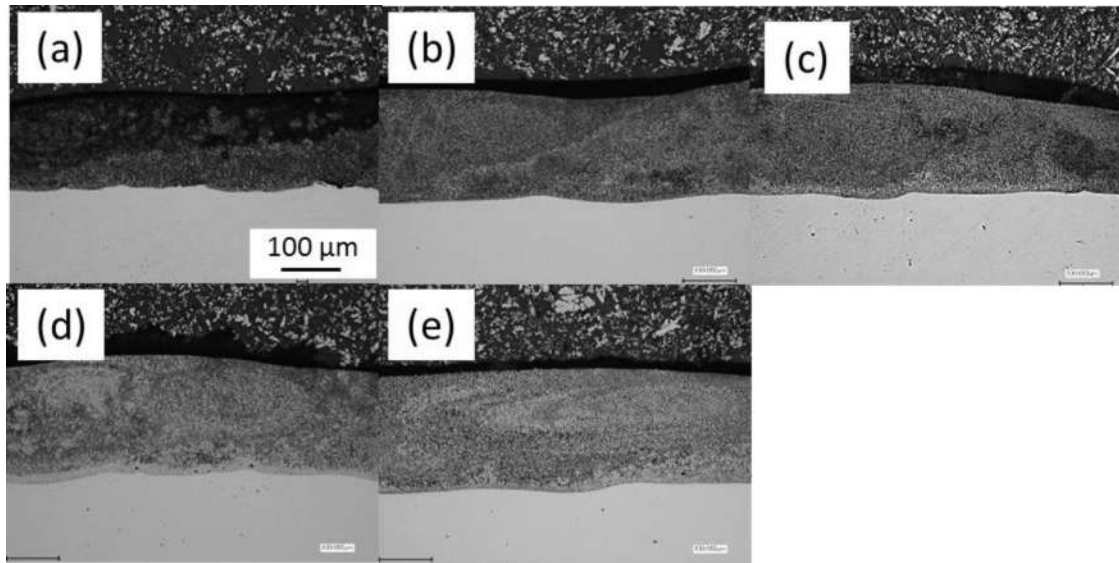


Fig. 4.28 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 200 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

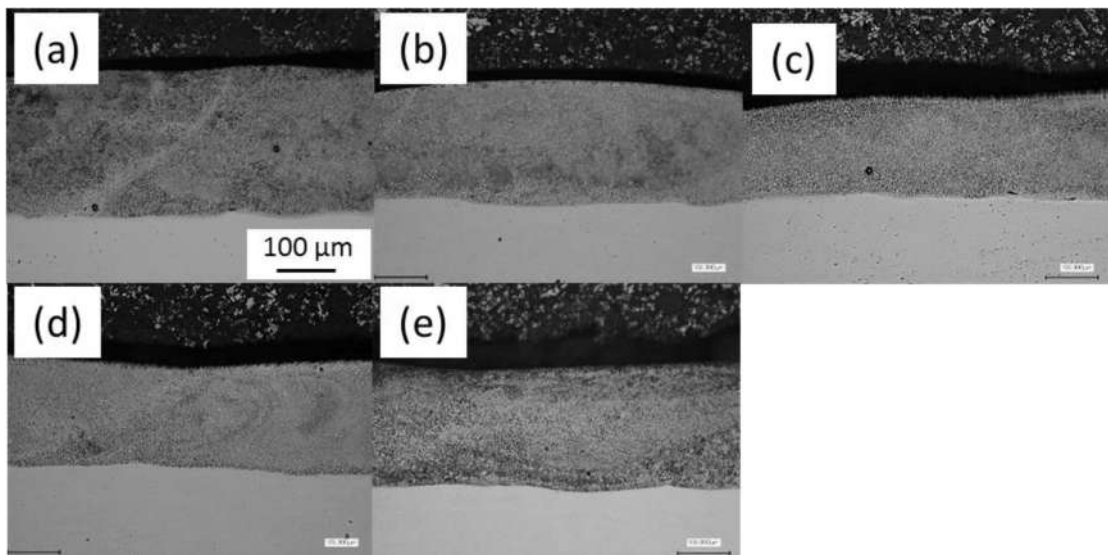


Fig. 4.29 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 225 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

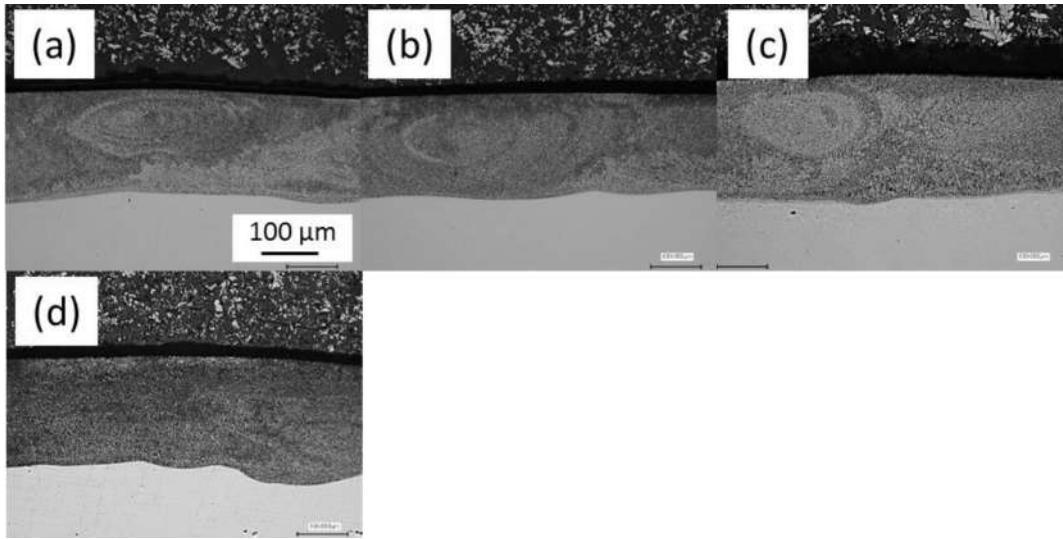


Fig. 4.30 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 250 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

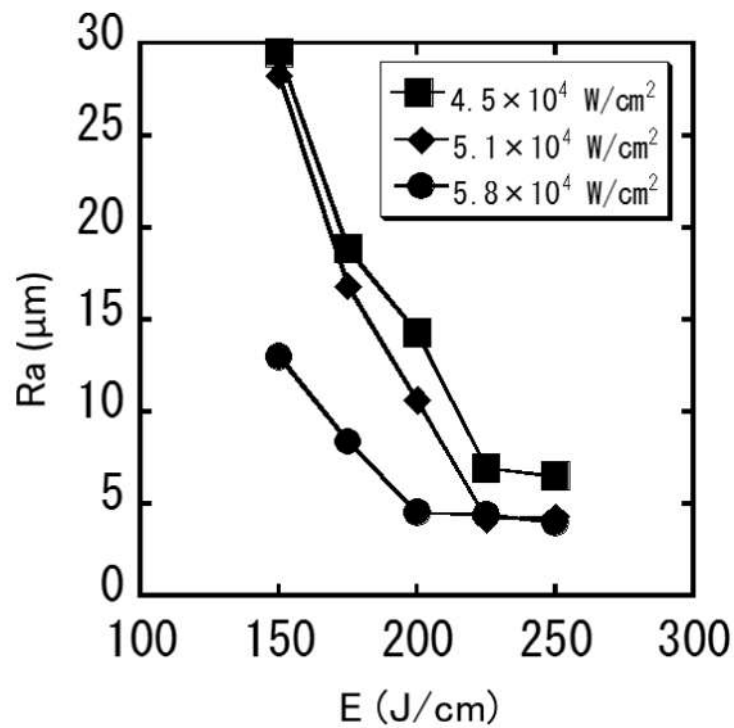


Fig. 4.31 Variation of surface roughness (R_a) as a function of heat input.

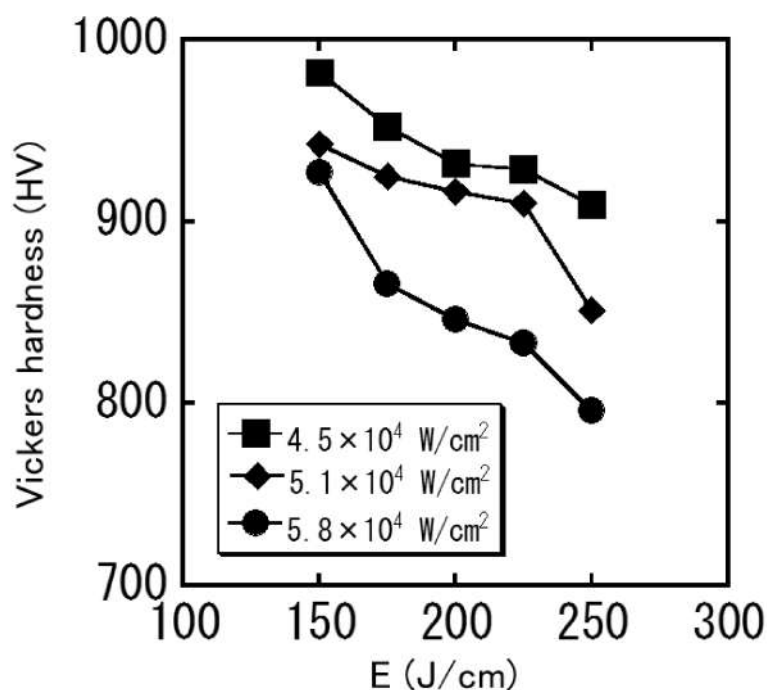


Fig. 4.32 Variation of Vickers hardness as a function of heat input.

積が増大することが明らかとなった。これらの結果から、表面が平滑でかつビッカース硬さが粉末の保証する値(820 HV)以上の皮膜が形成される条件マップを Fig. 4.33 に示す。このとき、 R_a が $8 \mu\text{m}$ 以下の条件において皮膜表面に基板表面が露出したような欠陥が生じていないため、平滑な皮膜の条件を R_a が $8 \mu\text{m}$ 以下とした。この結果からわかるように、入熱量が小さな条件においては粉末をすばやく加熱する必要があるためパワー密度を増加させる必要があり、逆に入熱量が大きな条件においては、レーザの照射エネルギーが大きいためパワー密度を低下させる必要があることが明らかとなった。これらの結果から、フラットトップビームを用いて、オーバーラップ率、入熱量およびパワー密度をそれぞれ制御することで平滑で希釈の小さい皮膜が形成されることが明らかとなった。希釈が増大すると、ビッカース硬さが低下した理由として、材料組織の変化が考えられる。ビッカース硬さが粉末の保障する値 (820 HV) 以上のものおよびそれ以下の皮膜のエネルギー分散型 X 線分析(EDX)による組織観察結果をそれぞれ Fig. 4.34 および 4.35 に示す。成膜条件はビッカース硬さが 820 HV 以上の皮膜はパワー密度および入熱量がそれぞれ $5.1 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ 、 225 J/cm 、

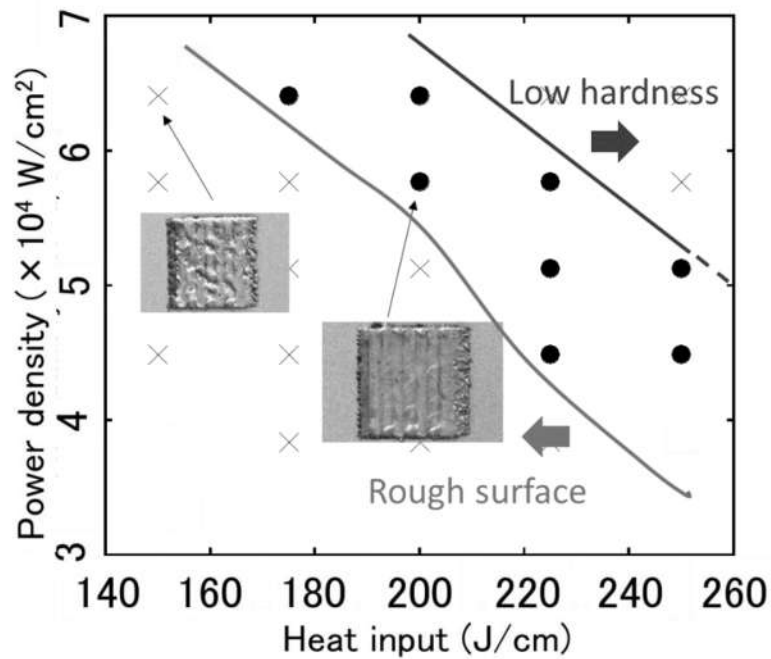


Fig. 4.33 Process map for formation of cladding layer with smooth surface and low dilution.

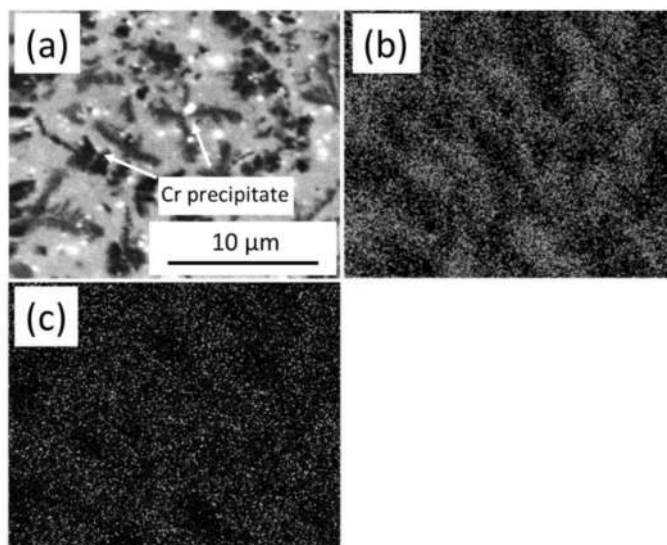


Fig. 4.34 (a) SEM image, element distribution of (b) Cr and (c) Ni.

ビッカース硬さが 820 HV 以下のものが、パワー密度および入熱量がそれぞれ $6.1 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ 、 250 J/cm である。EDX の組織観察の結果、ビッカース硬さが 810 HV 以上の皮膜では、Fig. 4.32 (a)より皮膜中に析出物の存在が確認された。EDX による元素マッピングの結果、析出物においては Cr 濃度が高く、Ni 濃度

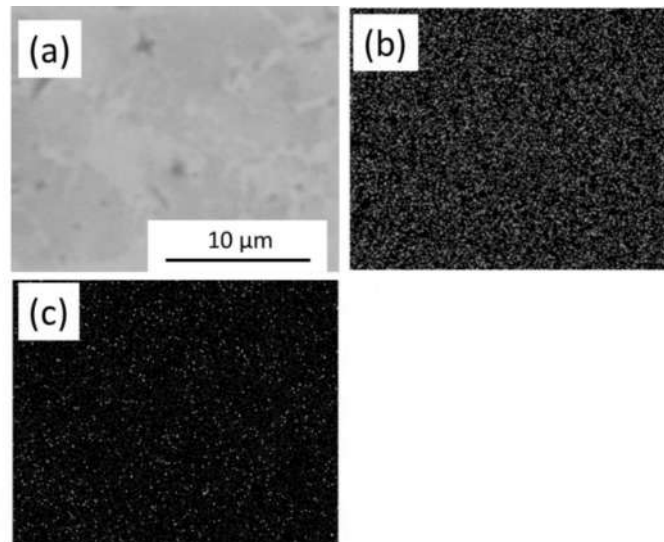


Fig. 4.35(a) SEM image, element distribution of (b) Cr and (c) Ni.

が低下していることが分かった。析出物の領域を質量分析すると Cr の濃度が 56%であったことから、Cr の析出物が存在していることがわかる。Cr の析出物は第 1 章における粉末の XRD 分析の結果からホウ化物や炭化物であると考えられる。これに対して、Fig. 4.32(b)より、ビッカース硬さが 820 HV 以下の条件においては皮膜中に析出物が存在しないことが明らかとなった。EDX による元素マッピングからも元素の濃淡は確認されなかった。この結果から、希釈が発生するとクロム系の析出物が存在しなくなり、ビッカース硬さが 820 HV を下回ることが明らかとなった。

4.3.4 集光点におけるレーザの強度分布が皮膜に与える影響

フラットトップビームを有する半導体レーザをオーバーラップ率 60%で複数回掃引させることで皮膜を形成した。Figs. 4.36 (b), (d) に形成した皮膜の表面および断面写真を示す。比較として第 2 章で得られた皮膜の表面及び断面写真を Figs. 4.36 (a), (c) に示す。この結果から、形成された皮膜は、第 2 章で得られたものと比較して表面の凹凸が非常に小さいことが分かる。皮膜の Ra を計測すると、33.7 μm から 3.9 μm と約 10 分の 1 程度まで低下していることが分かった。また、皮膜のビッカース硬さを測定すると、681 HV から 910 HV まで増加していることが分かる。この値は、粉末の保証する値である 820 HV を上回るものである。粉末の保証するビッカース硬さは希釈が発生する PTA などに

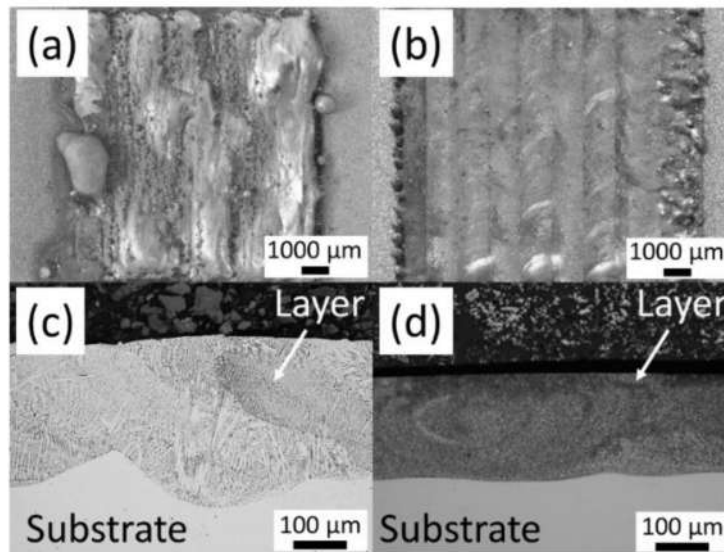


Fig. 4.36 Optical images of the cladding layer surfaces formed with (a) a Gaussian-like beam and (b) a flat-top beam. Cross-sections of the cladding layers in (a) and (b) are shown in (c) and (d), respectively.

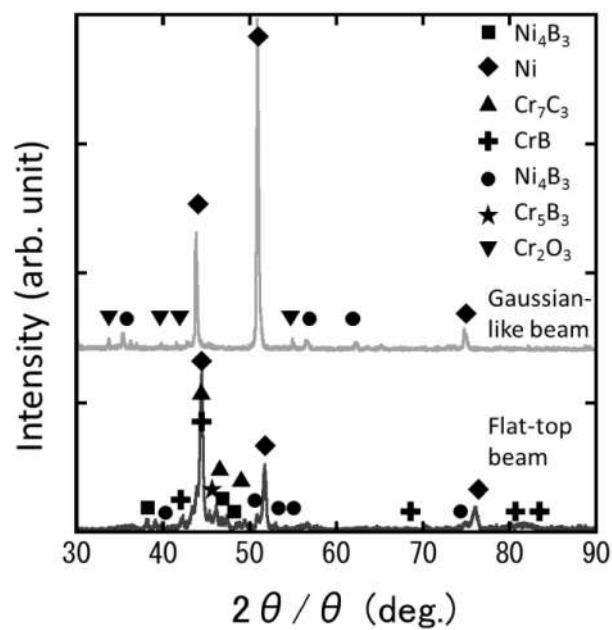


Fig. 4.37 X-ray diffraction patterns of cladding layer formed with flat-top and Gaussian-like beam.

おける値であるため、希釈がより小さいレーザクラデイングで形成した皮膜はその値を上回ったと考えられる。また、皮膜の組織は第 2 章で得られた皮膜

は、大きな柱状晶が主に形成されており析出物は観察されないが、フラットトップビームを用いた場合は、析出物が形成されていることが分かる。これは XRD 測定の結果からも示されており、測定結果を Fig. 4.37 に示す。この結果から、フラットトップビームを用いた場合は、第 1 章で示した粉末のピークと同様に、皮膜のピークから Ni および Cr のホウ化物と Cr の炭化物が存在することが示されている。この結果、形成された皮膜のビッカース硬さが粉末の保証する値以上となったと考えられる。これに対して、ガウシアン型のビームを用いて形成した第 2 章で得られた皮膜では、Ni のホウ化物のみがピークとして観察されることが分かった。この結果から、第 2 章で得られた皮膜には Cr ホウ化物や炭化物のピークが消失していることが分かる。これは、基板の Fe が混入したことによると考えられる。このような、希釈が小さく表面が平滑な皮膜が得られたのは粉末の凝集が抑制され Fig. 4.1(c)に示したように基板が直接レーザ照射によって加熱・溶融しなくなったためであると考えられる。

本結果から、200 μm の粉末を静置して皮膜形成を行う場合、フラットトップビームを用いることで皮膜特性を向上させることが可能であることを明らかにした。粉末厚さや、皮膜の幅が変化した場合は、フラットトップではなくビーム両端の強度が高い強度分布を有するレーザが有効となる可能性がある。このようなビームは、第 3 章で示した光学系を使用して、ファイバーカップル半導体レーザのパワーをそれぞれ制御することで得ることができる。このため、静膜条件が変化した場合においても第 3 章で開発した集光光学系はレーザクラディングに適すると考えられる。

4.4 まとめ

フラットトップビームを有する半導体レーザを用いて、Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼基板上に形成した。パワー密度を $3.9\sim 6.3\times 10^4\text{ W/cm}^2$ 、掃引速度を変化させることで入熱量を $150\sim 250\text{ J/cm}$ で変化させて皮膜を形成した。この結果、パワー密度および入熱量をそれぞれ制御することで、希釈が小さな皮膜が形成可能な条件が明らかとなった。高速度カメラ観察の結果、レーザの集光点における強度分布を制御することで、粉末の凝集を抑制することが可能であることが明らかとなった。レーザのオーバーラップ率、入熱量およびパ

ワー密度を制御し、ビームをオーバーラップさせて 10 mm×10 mm の大きさの皮膜を形成することで、皮膜の表面が平滑でかつ希釈の小さい皮膜が形成可能となる条件をあきらかにした。また、希釈が生じていない皮膜では、Cr 析出物が観察されるのに対して、希釈が発生した皮膜ではこれらの析出物が存在しないことが明らかとなった。

謝辞

本研究は、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構専用ビームライン BL22XU における公益財団法人高輝度光科学研究センター専用ビームライン課題(No. 2014B3721, 2015A3721, 2015B3721, 2016A3721)の支援を得て行いました。

第5章 粉末の粒径制御による低入熱な皮膜形成

5.1 はじめに

第4章で、フラットトップビームを用いることで、粉末の凝集を抑制し皮膜特性の向上が可能であることを明らかにした。また、レーザの強度分布のみではなく、レーザのパワー密度、入熱量およびオーバーラップ率が皮膜特性に与える影響を同時に明らかにした。この結果、フラットトップビームを用いることで、希釈が小さく平滑な皮膜が形成可能であることが明らかとなった。しかしながら、レーザクラディングは熱プロセスであるため、希釈が小さな皮膜が形成されても基板に対して熱影響が生じてしまう。特に、薄板材料や熱影響が生じると特性が低下する材料に関しては、熱影響を低減することが重要である¹⁾。そこで、本章では粉末の粒径が皮膜形成に必要な入熱量および熱影響部 (HAZ) に与える影響を検討する。粒径が小さな粉末を用いると、粒子一粒あたりの体積が小さくなるため、同じ体積の皮膜を形成する際、より小さな入熱量で皮膜形成が可能となると期待される。ここで、粒子一つが周囲に熱が伝わらないと仮定した場合における、粒子の温度が融点に達する時間を考える。エネルギーはすべてレーザ光から与えられると仮定すると粒子一つあたりのエネルギーバランスは次式のように示される²⁾。

$$4\pi r_p^2 P \alpha \tau = \frac{4}{3} \pi r_p^3 \rho [c(T_m - T_0) + H_0] \quad [1]$$

となる。ここで、 r_p 、 P 、 α 、 τ 、 ρ 、 c および H_0 はそれぞれ、粒径 (m)、レーザパワー (W)、吸収率、融点に達する時間 (τ)、密度 (g/cm^3)、比熱 (J/gK)、潜熱 (J/g) である。[1]式を変形させて、融点に達する時間を求めると

$$\tau = \frac{r_p}{3P\alpha} \rho [c(T_m - T_0) + H_0] \quad [2]$$

となる。この式に Ni-Cr-Si-B 合金の物性値として融点、密度、比熱および潜熱をそれぞれ 1273 K、8.06 g/cm^3 、0.44 J/gK および 300 J/g として代入し、横軸を粒径として粒子が融点に達する時間を求めたグラフを Fig.5.1 に示す。この時、

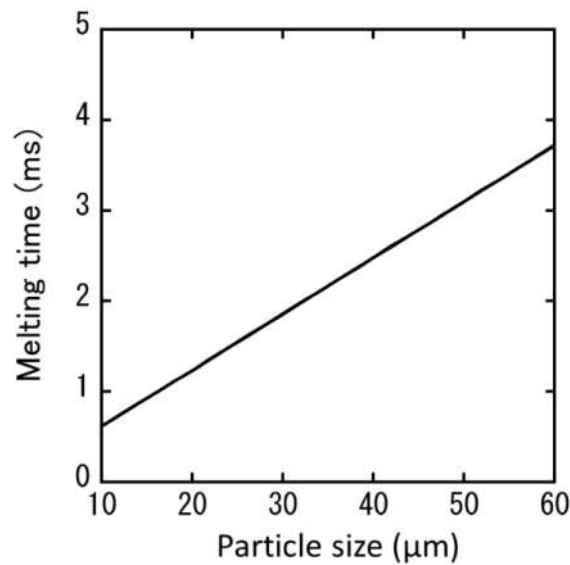


Fig. 5.1 Melting time of particle.

レーザパワーは 300 W で、これまでの実験に用いたフラットトップビームの形状を仮定している。このグラフから分かるように粒径が小さくなるとそれに対して線形に溶融時間が短くなることが明らかとなった。このため、粒径の小さい粉末を用いると、粉末がより速く溶融することが期待される。溶融後の粒子は表面張力によって融合を開始すると考えられるが、温度上昇速度が速くなるので、溶融した粒子の濡れ性が向上し、より低入熱の条件で皮膜形成が可能となると考えられる。そこで、本章では粉末の粒径を変化させて皮膜形成を行う。具体的には粒径が 30、40 および 55 μm の粉末を使用する。最小の粒径が 30 μm である理由として、球状の粉末が形成可能なガスアトマイズ法では、限界の粉末粒径が 30 μm 程度になることが挙げられる³⁾。また、粒径が小さくなると、蒸発も同時に発生し始めると考えられる。そこで、本研究では最小の粒径として 30 μm の粉末を使用している。

本章では、粒径 30 および 55 μm の粒径の Ni-Cr-Si-B 合金粉末を用いて、304 型ステンレス鋼基板上に、入熱量とパワー密度を変化させてレーザを一回掃引させて皮膜を形成することで、粉末の粒径が入熱量に与える影響を調べた。次にレーザを複数回掃引することで 10 mm×10 mm の皮膜を形成し、複数回掃引における粒径が入熱量に与える影響を調べた。次に、基板として機械構造用炭素鋼 S45C 基板を用いて粒径 30、40 および 55 μm の粒径の Ni-Cr-Si-B 合金粉末を用いて皮膜形成を行った。入熱量と、粉末の粒径をそれぞれ変化させて皮

膜を形成することで、粒径が HAZ の面積に与える影響を調べた。皮膜の形成時の粉末の熔融現象は高速度カメラを用いて観察し、粉末の粒径が成膜現象に与える影響を調べた。皮膜表面および断面を光学顕微鏡観察した。皮膜断面はビッカース硬さを測定して評価した。HAZ の面積は光学顕微鏡観察により評価した。

5.2 実験方法

実験装置は、Fig.5.2 に示すようにレーザヘッド、高速度カメラ、メタルハライドランプおよび XY ステージで構成されている。実験に使用したレーザは、フラットトップビームを有する波長 915nm の 600W 級半導体レーザで、スポットサイズは Fig. 5.3(a)に示すように $2600 \times 300 \mu\text{m}^2$ である。Fig. 5.3 (b) に線 a1 上のレーザの断面強度プロファイルを示す。強度分布は横軸が長さ、縦軸がレーザ強度を示している。このプロファイルから分かるように、実験に用いた半導体

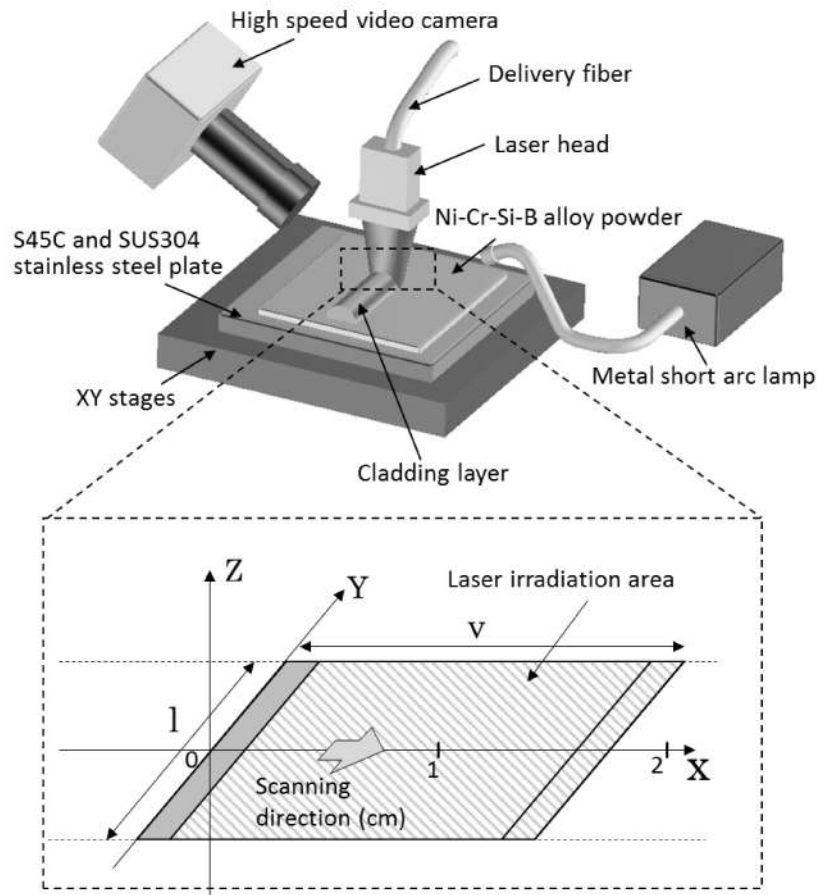


Fig. 5.2 Schematic diagram of experimental setup.

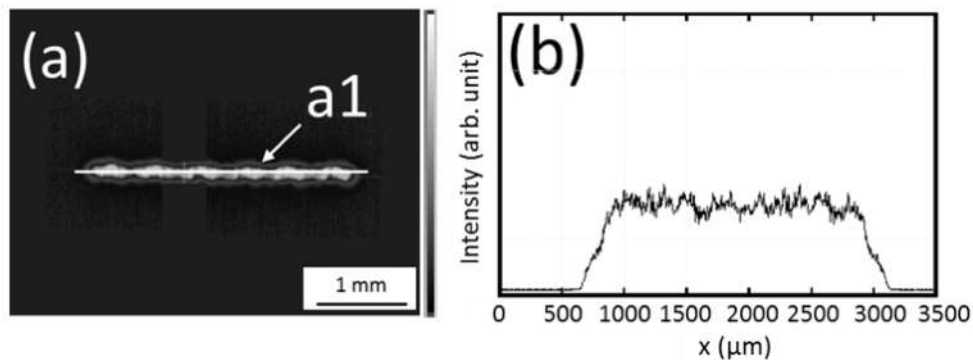


Fig. 5.3 Beam profile at the focal point.

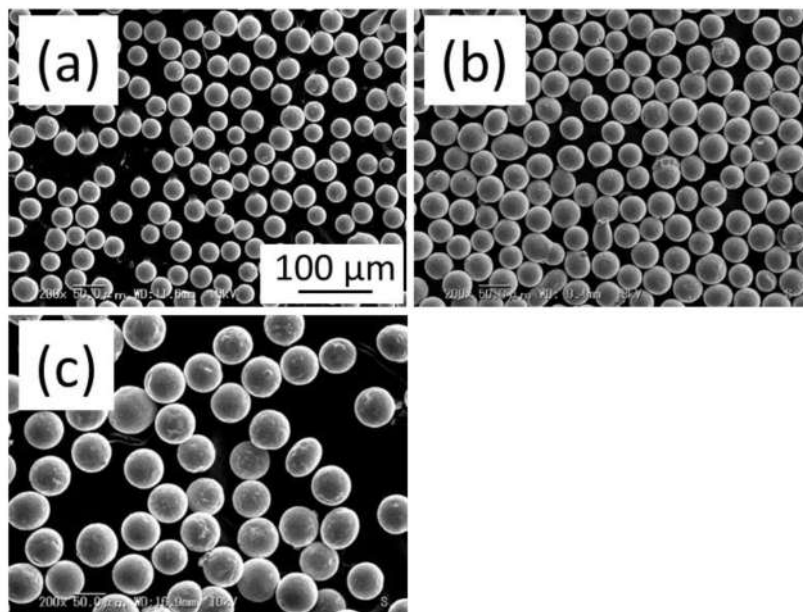


Fig. 5.4 SEM images of the Ni-Cr-Si-B alloys: (a) 30, (b) 40 and (c) 55 μm .

レーザは、強度分布が一様なフラットトップビームであることが分かる。50 mm $\times$ 50 mm $\times$ 3 mm サイズの機械構造用炭素鋼 S45C 基板を XY ステージ上に固定し、Ni-Cr-Si-B 合金粉末を 200 μm 厚で静置し実験を行った。レーザは粉末上に集光し、XY ステージを使用してレーザの短径方向に掃引させた。Table 1 に使用した Ni-Cr-Si-B 合金の組成を示す。Ni-Cr-Si-B 合金粉末は Fig. 5.4 の SEM 観察像に示すように平均粒径が 30、40、55 μm の物を使用しており、この図から分かるように、全ての粒径の粉末の形状は球形で均一な大きさである。Fig. 5.5 に使用した粉末の粒度分布を示す。横軸が粒径、縦軸が頻度となっている。それぞれの粉末は粒度分布の幅がシャープであることが分かる。粉末の粒径が小さくなると表面積が変化するため、レーザの吸収率が変化する可能性がある

ので粉末の拡散反射率を測定した。横軸を波長、縦軸を反射率としたときの粉末の拡散反射率を Fig. 5.6 に示す。この結果から、粒径が変化しても本実験で用いた粒径においては、反射率は 31% と変化は認められないことが分かった。

レーザのパワー密度および入熱量を変化させることで、Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼基板上に形成した。レーザを一回掃引させて皮膜を形成

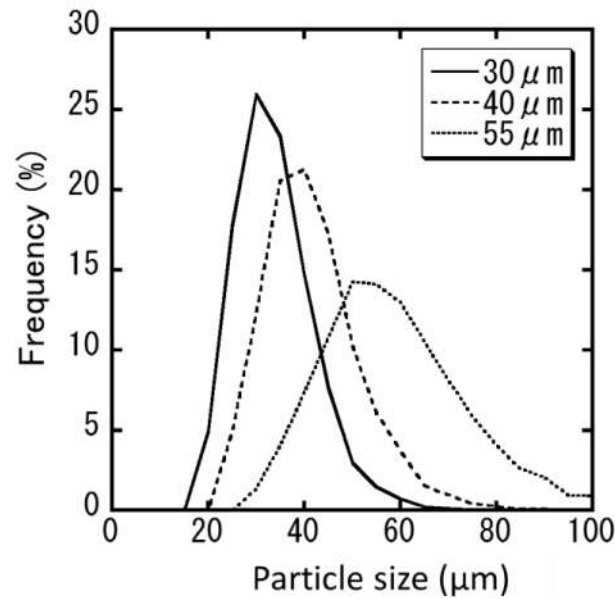


Fig. 5.5 Particle size distributions for Ni-Cr-Si-B alloy powders.

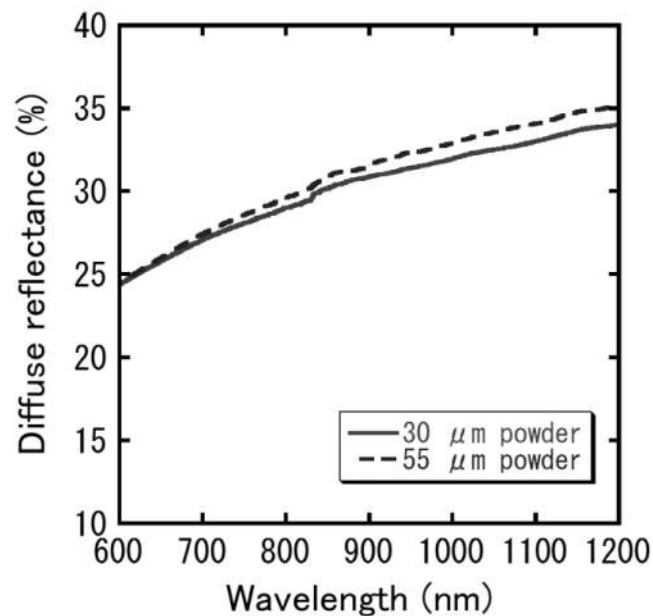


Fig. 5.6 Diffuse reflectance for Ni-Cr-Si-B alloy powders.

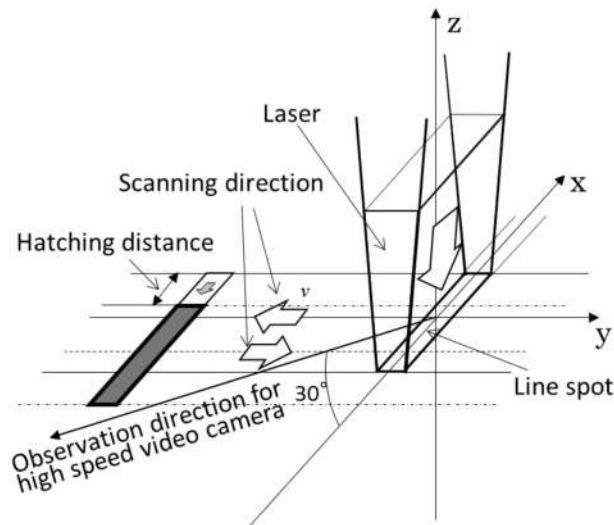


Fig. 5.7 Schematic of laser scanning method and observation direction.

した際の条件はレーザのパワー密度を $3.9\sim6.3\times10^4 \text{ W/cm}^2$ 、掃引速度を変化させることで入熱量を $150\sim250 \text{ J/cm}$ で変化させた。入熱量は $E=P/v$ としており、ここで、 E は入熱量(J/cm)、 P はレーザ出力、 v は掃引速度(cm/s)である。次に、オーバーラップ率を 60%として $10 \text{ mm}\times10 \text{ mm}$ の皮膜形成を行った。次に、基板を S45C ステンレス鋼基板に変化させて、レーザを一回掃引させて Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を形成した。この時のレーザのパワー密度は $3.9\times10^4 \text{ W/cm}^2$ 、入熱量は $150\sim250 \text{ J/cm}$ で変化させた。皮膜の表面および断面は光学顕微鏡で観察した。成膜現象は高速度カメラを用いて 1000 fps で観察した。観察は Fig. 5.7 に示すようにレーザの掃引方向に対して垂直方向から観察し、 xy 平面から 30° の傾きで観察を行った。照明には、メタルショートアークランプを使用した。形成した皮膜は表面および断面を光学顕微鏡により観察した。皮膜のビッカース硬さは 0.2N の加圧力で測定した。HAZ の領域は光学顕微鏡観察によって測定した。

5.3 実験結果および考察

5.3.1 粒径の粒径が皮膜形成に必要な入熱量に与える影響(1 回掃引)

フラットトップビームを有する半導体レーザのパワー密度を 3.9 、 4.5 、 5.1 、 5.7 および $6.3\times10^4 \text{ W/cm}^2$ 一回掃引させて形成した皮膜の表面観察結果をそれ

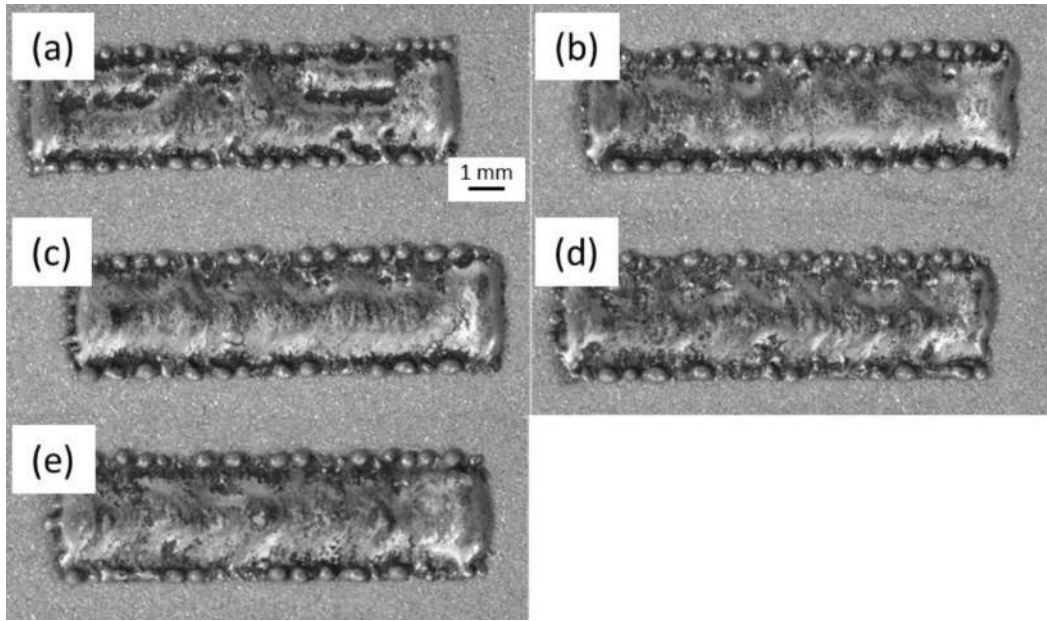


Fig. 5.8 Optical images of cladding layer surface at the power density of $3.9 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

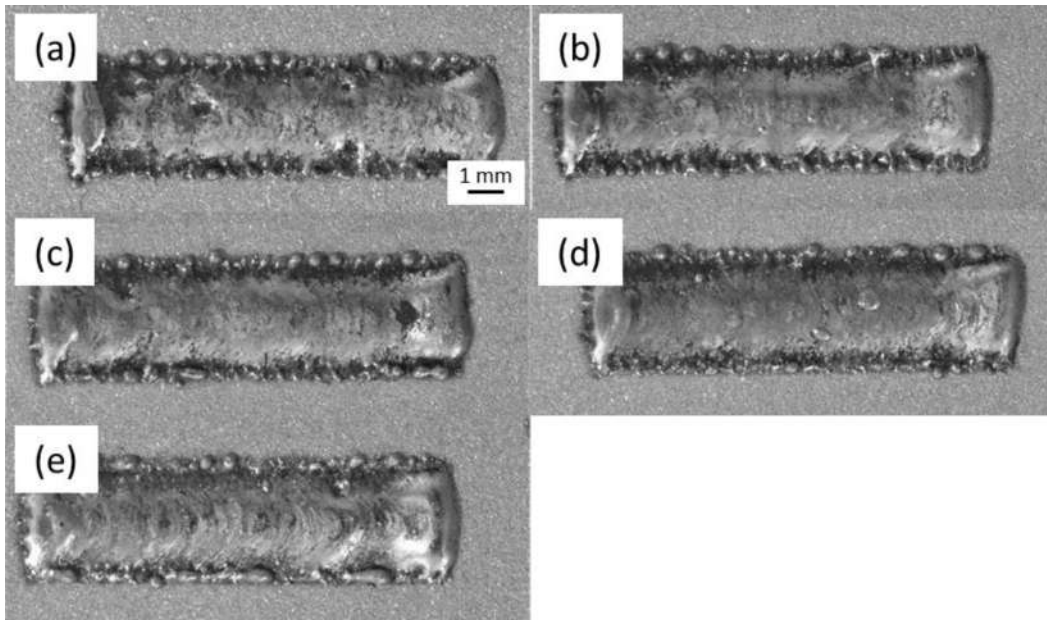


Fig. 5.9 Optical images of cladding layer surface at the power density of $4.5 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

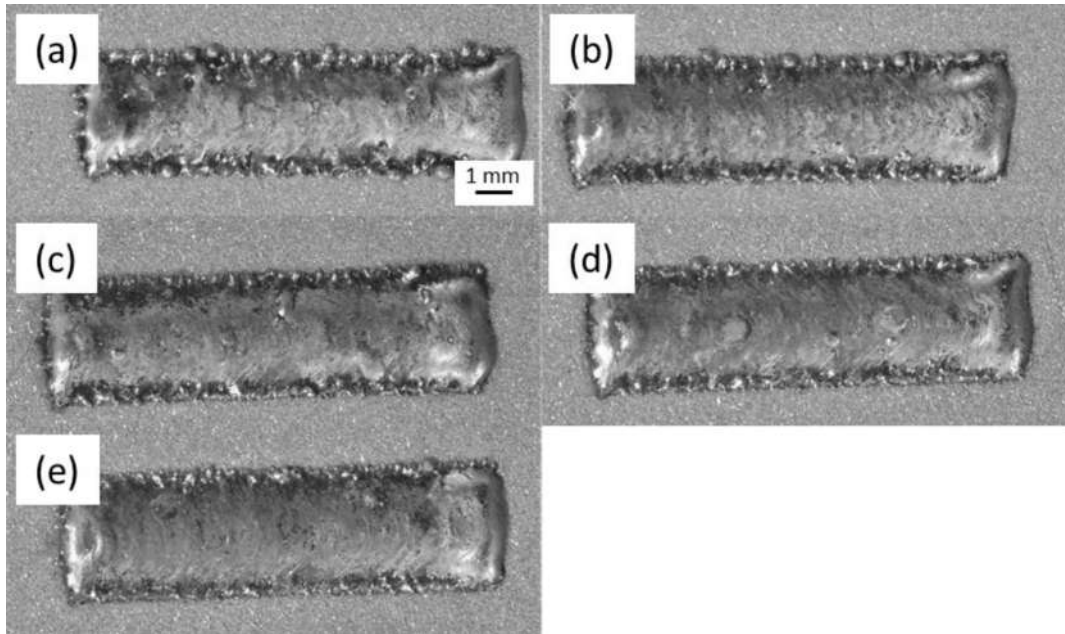


Fig. 5.10 Optical images of cladding layer surface at the power density of $5.1 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

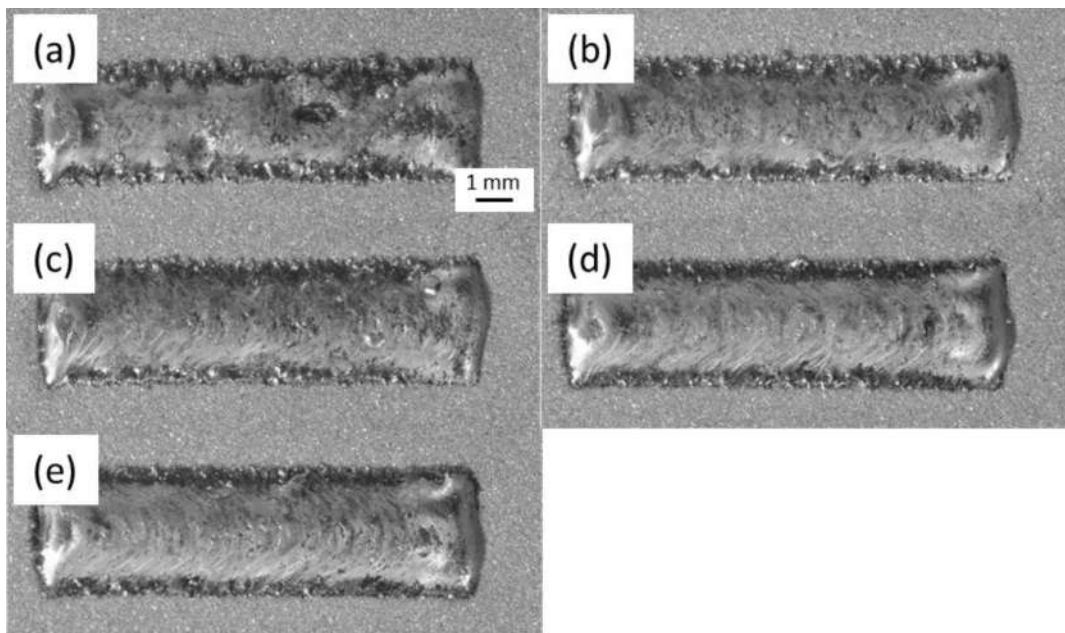


Fig. 5.11 Optical images of cladding layer surface at the power density of $5.7 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

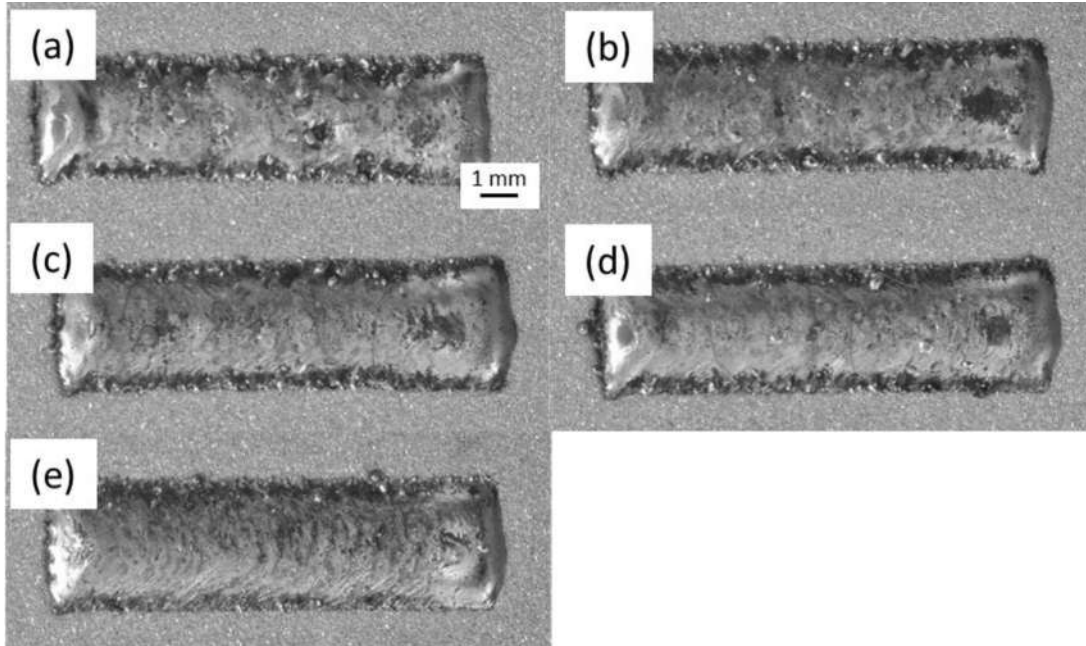


Fig. 5.12 Optical images of cladding layer surface at the power density of $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

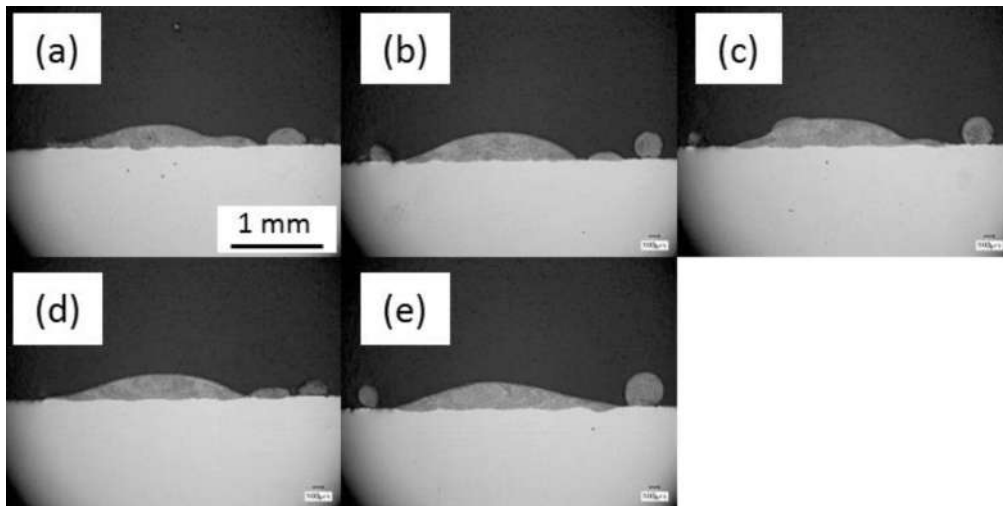


Fig. 5.13 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $3.9 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

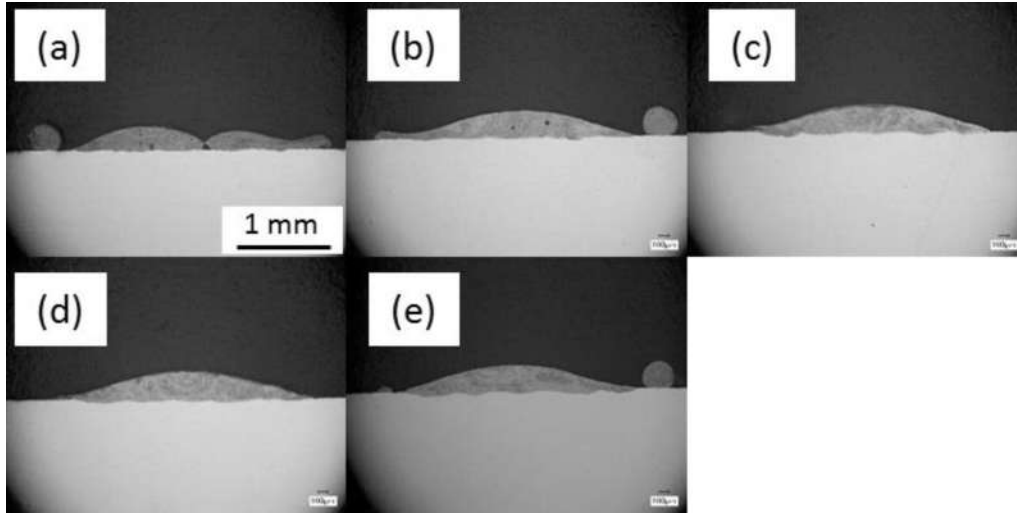


Fig. 5.14 Optical images of cladding layer cross section at the power density of 4.5×10^4 W/cm². Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

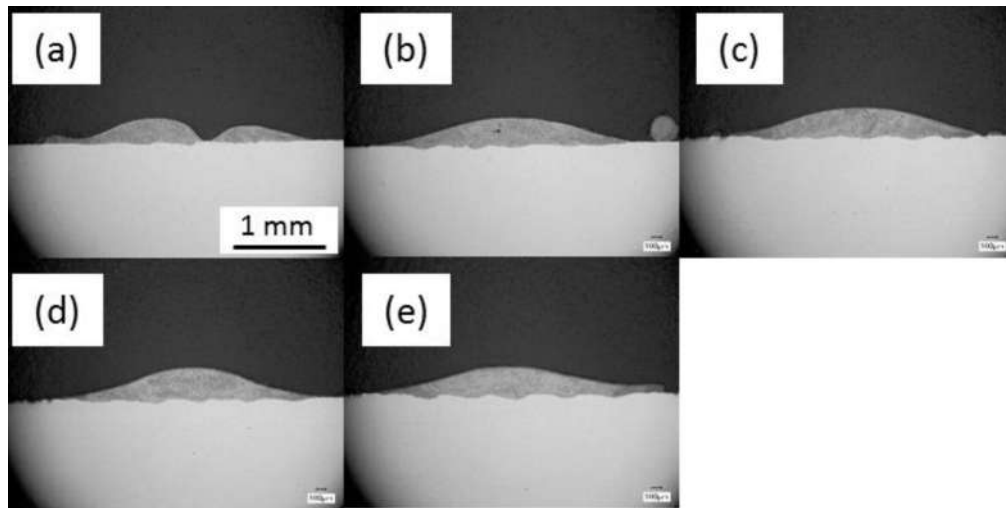


Fig. 5.15 Optical images of cladding layer cross section at the power density of 5.1×10^4 W/cm². Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

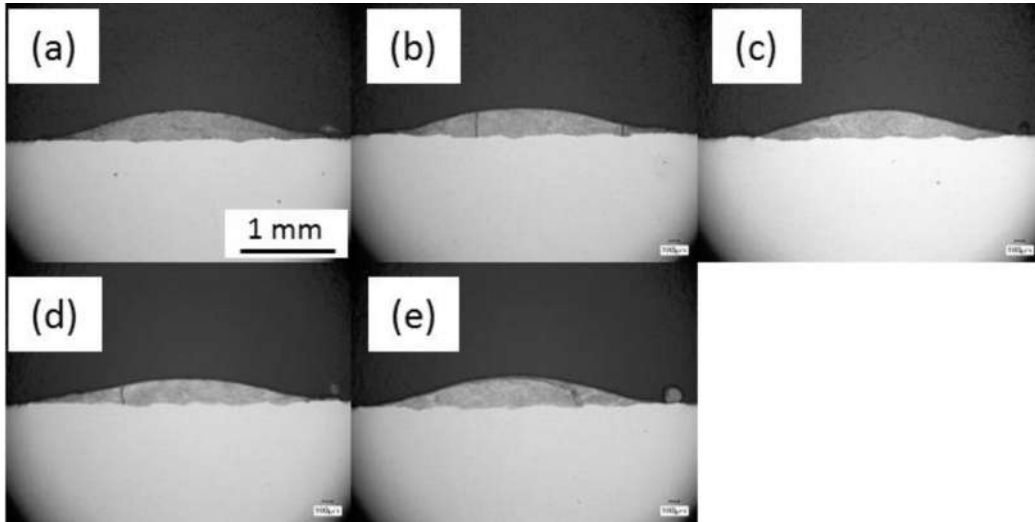


Fig. 5.16 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $5.7 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

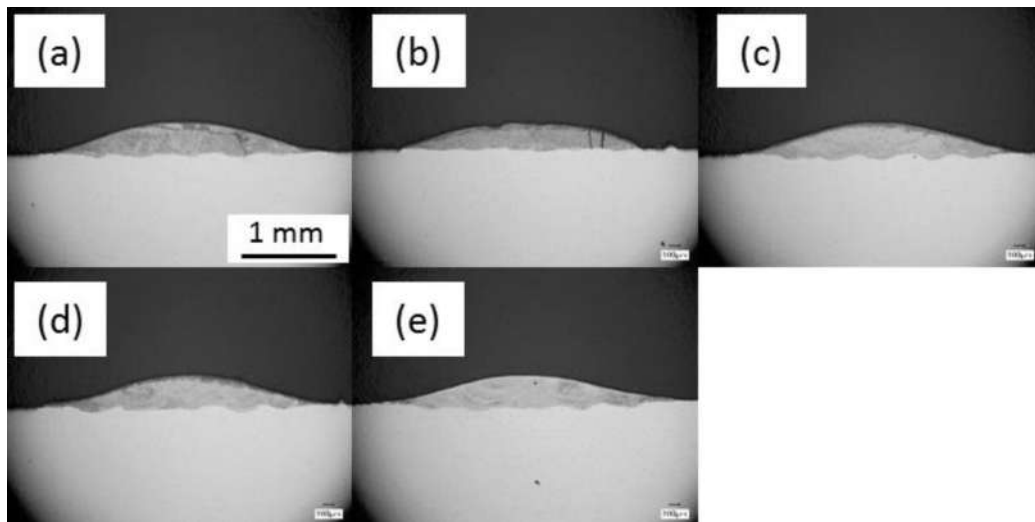


Fig. 5.17 Optical images of cladding layer cross section at the power density of $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$. Heat input of (a), (b), (c), (d) and (e) was 150, 175, 200, 225 and 250 J/cm, respectively.

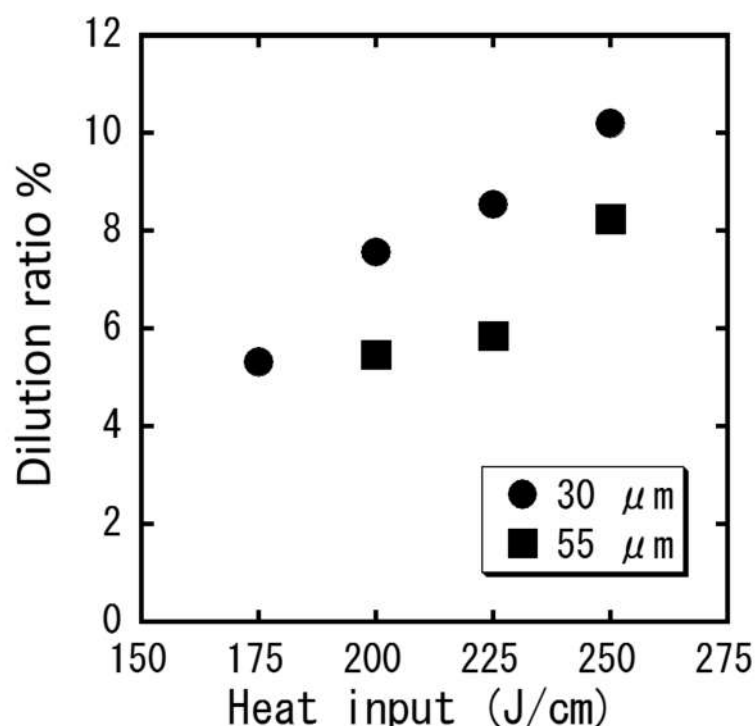


Fig. 5.18 Variation of dilution ratio as a function of heat input.

ぞれ Fig. 5.8, 5.9, 5.10, 5.11 および 5.12 に示す。このとき、入熱量は 25 J/cm² ずつ変化させた。この表面写真に対応する、皮膜の断面観察結果を Fig. 5.13, 5.14, 5.15, 5.16 および 5.17 に示す。第 4 章で得られた粒径 55 μm の粉末を用いた場合と比較して、粒径 30 μm の粉末を用いると、Fig. 5.8(b)の結果から分かるように同様のパワー密度、入熱量の条件で皮膜形成が可能となることが示されている。この傾向は他のパワー密度の条件においても同様で、粒径 30 μm の粉末を用いることで皮膜形成に必要な入熱量が低減することが明らかとなった。溶け込みに関しては、パワー密度 $3.9 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ の条件で希釈率を粉末 30 μm および 55 μm で比較したグラフを Fig. 5.18 に示す。貴社立は皮膜溶込み面積を皮膜全体の面積で割ったものである。この結果から、30 μm の粉末を用いると希釈率が大きくなることがわかる。これは、熱が基板に伝わりやすくなったためであると考えられる。

5.3.2 粒径の粒径が皮膜形成に必要な入熱量に与える影響(複数回掃引)

オーバーラップ率を 60% で一定として、パワー密度を 3.9、4.5、5.1、5.7 および $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ で入熱量を変化させて形成した皮膜表面観察結果をそれぞれ Fig. 5.19, 5.20, 5.21, 5.22 および 5.23 に示す。入熱量は 150、175、200、225 および 250 J/cm でそれぞれ変化させて皮膜を形成した。これに対応する断面観察結果をそれぞれ Fig. 5.24, 5.25, 5.26, 5.27 および 5.28 に示す。これらの結果

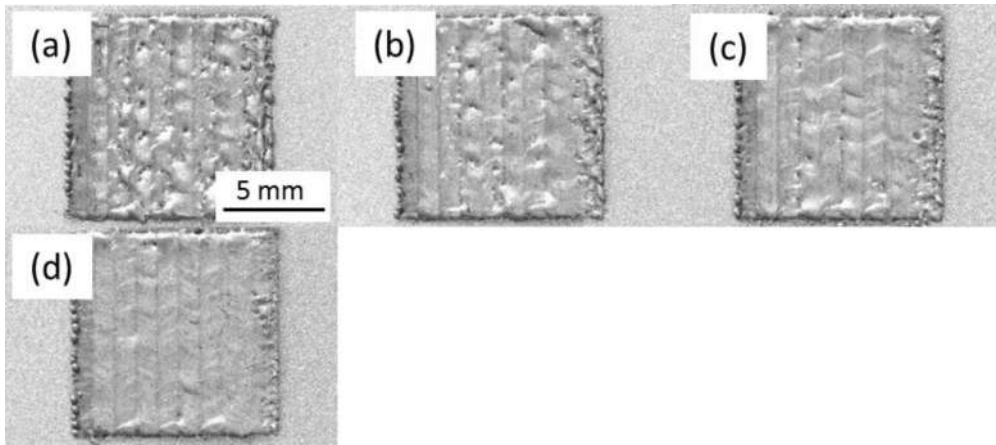


Fig. 5.19 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 150 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$, respectively.

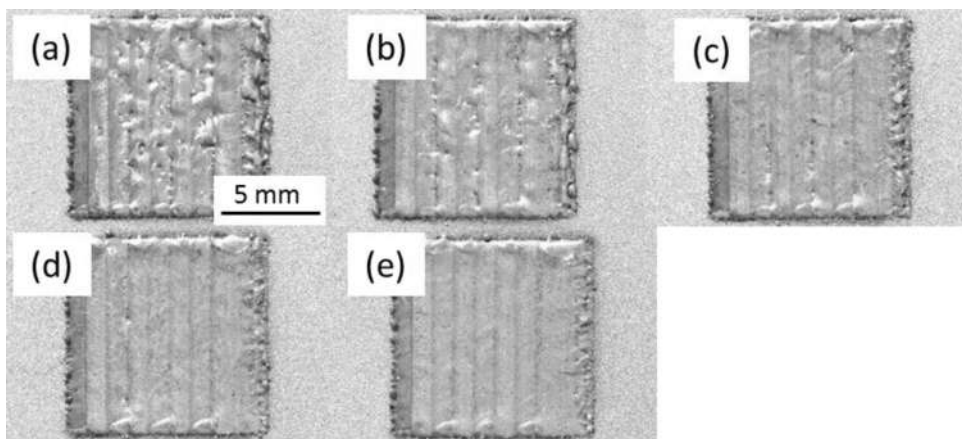


Fig. 5.20 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 175 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and $6.3 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$, respectively.

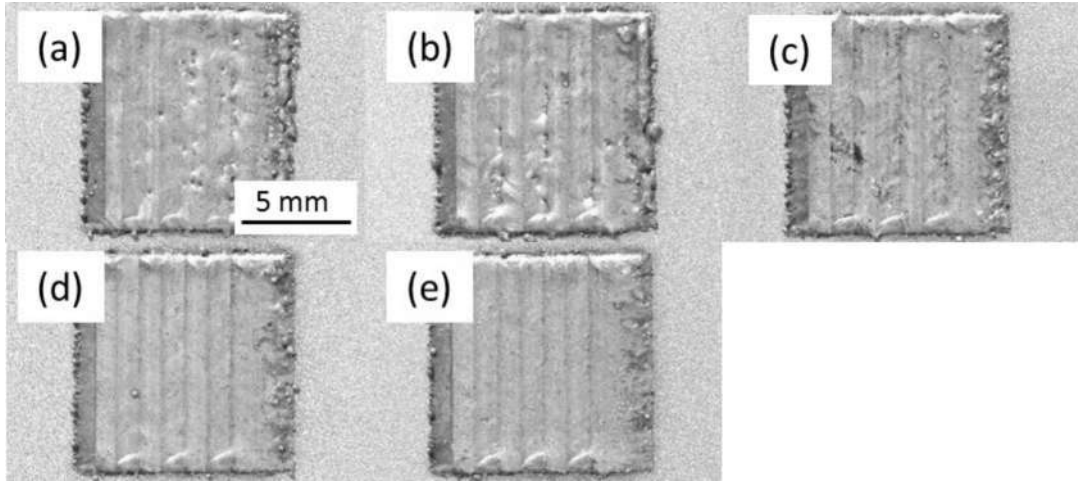


Fig. 5.21 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 200 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9 , 4.5 , 5.1 , 5.7 and 6.3×10^4 W/cm², respectively.

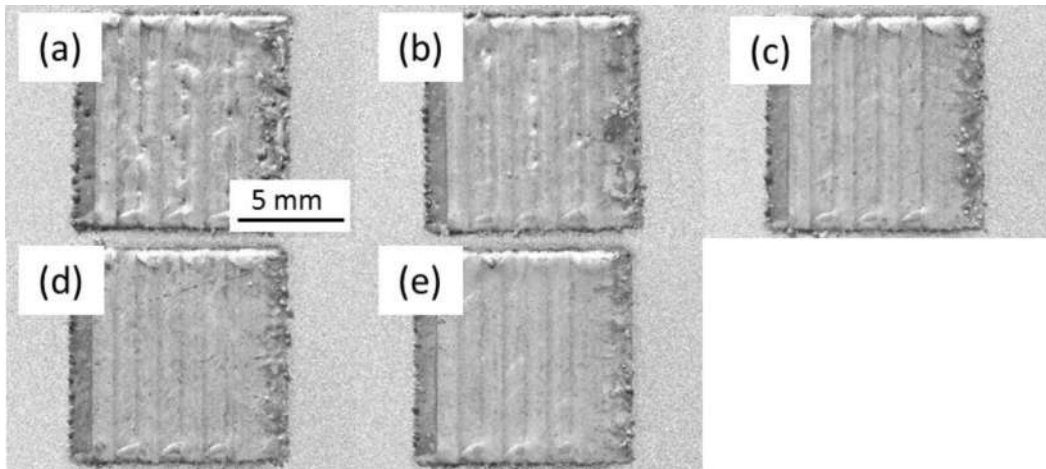


Fig. 5.22 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 225 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9 , 4.5 , 5.1 , 5.7 and 6.3×10^4 W/cm², respectively.

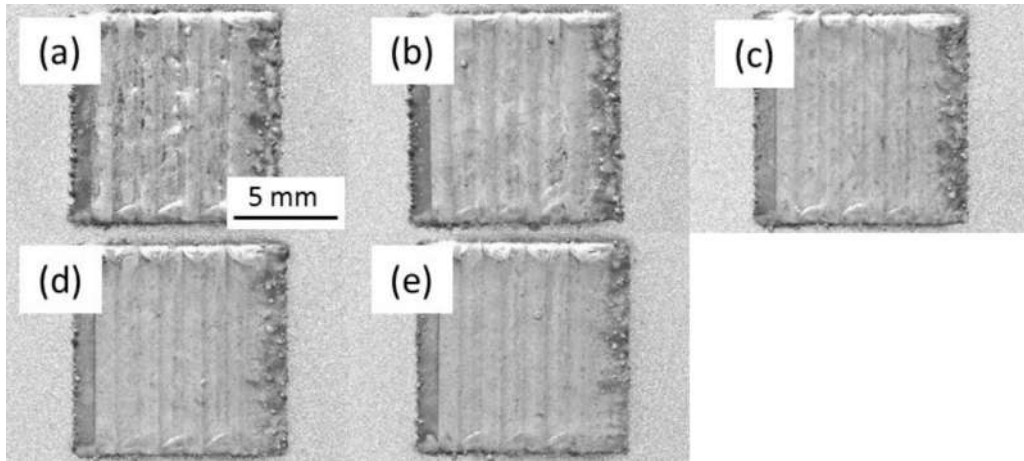


Fig. 5.23 Optical images of cladding layer surface at the heat input and overlap ratio of 250 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and 6.3×10^4 W/cm², respectively.

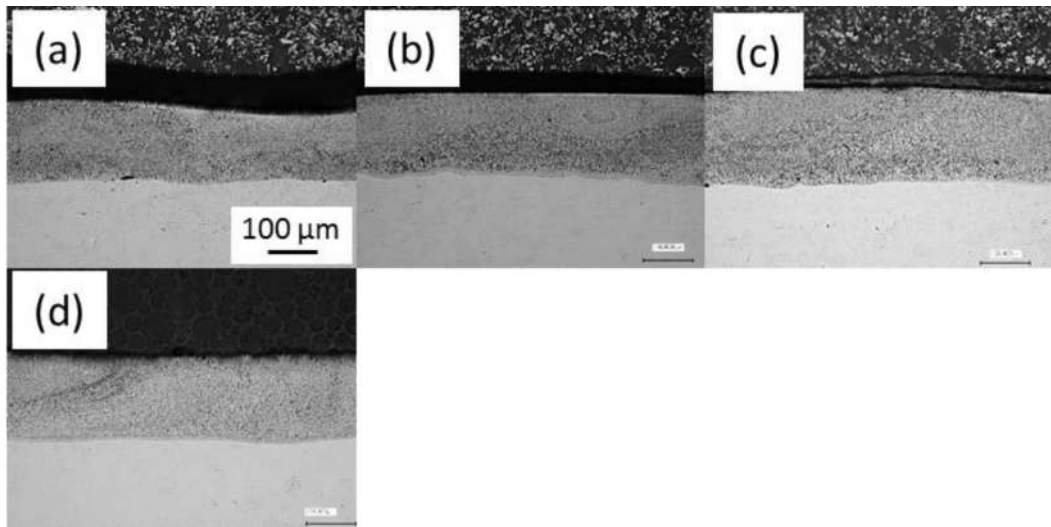


Fig. 5.24 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 150 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was $3.9, 4.5, 5.1, 5.7$ and 6.3×10^3 W/cm², respectively.

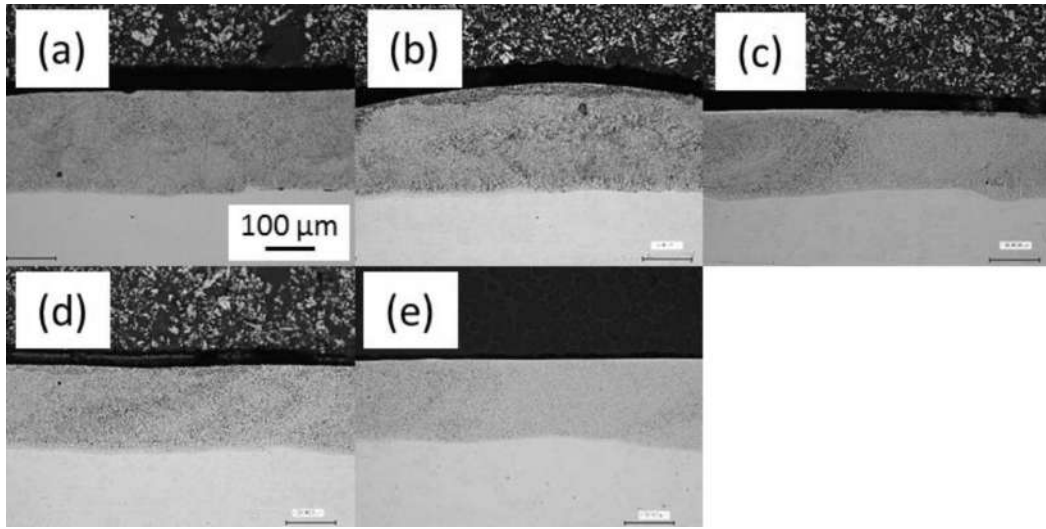


Fig. 5.25 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 175 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

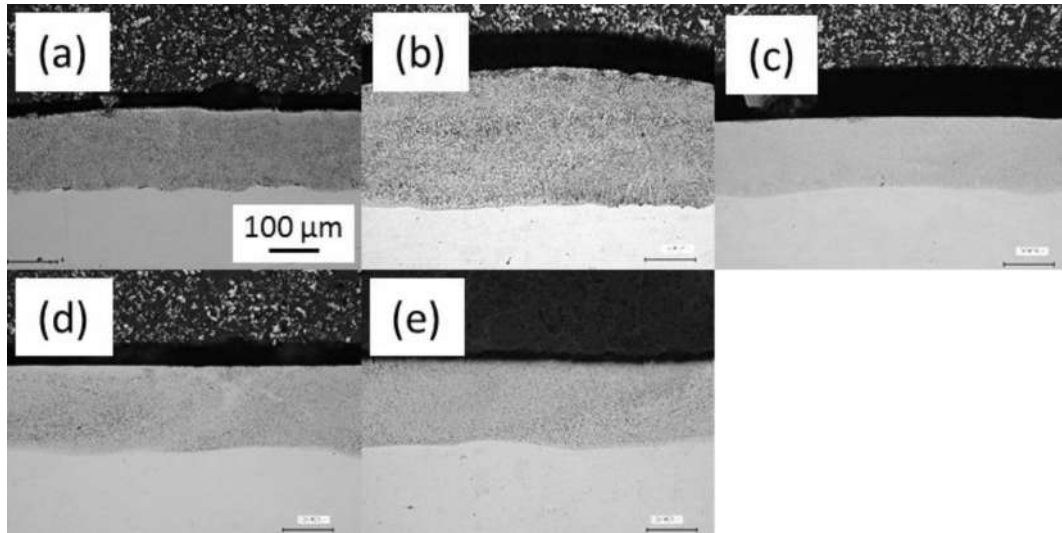


Fig. 5.26 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 200 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and $6.3 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$, respectively.

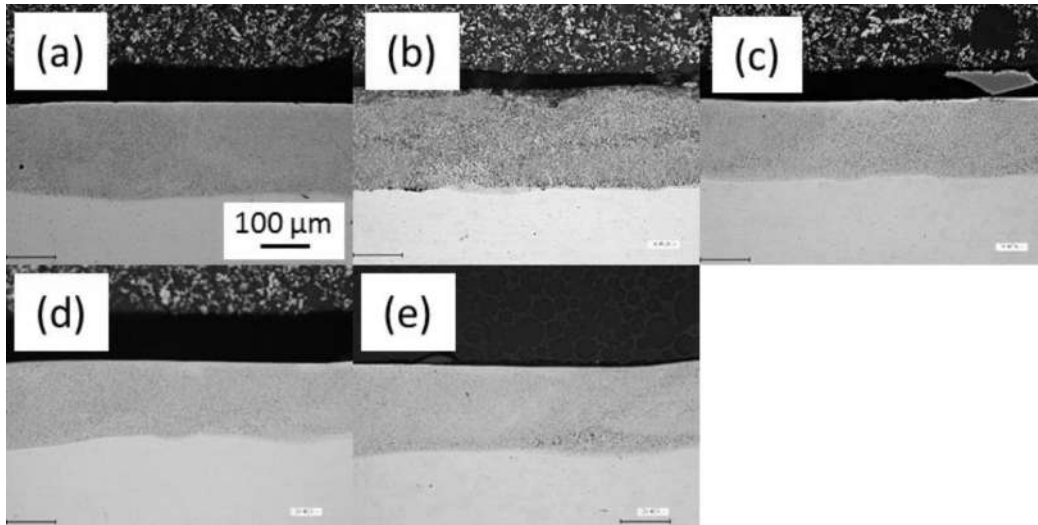


Fig. 5.27 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 225 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and 6.3×10^3 W/cm², respectively.

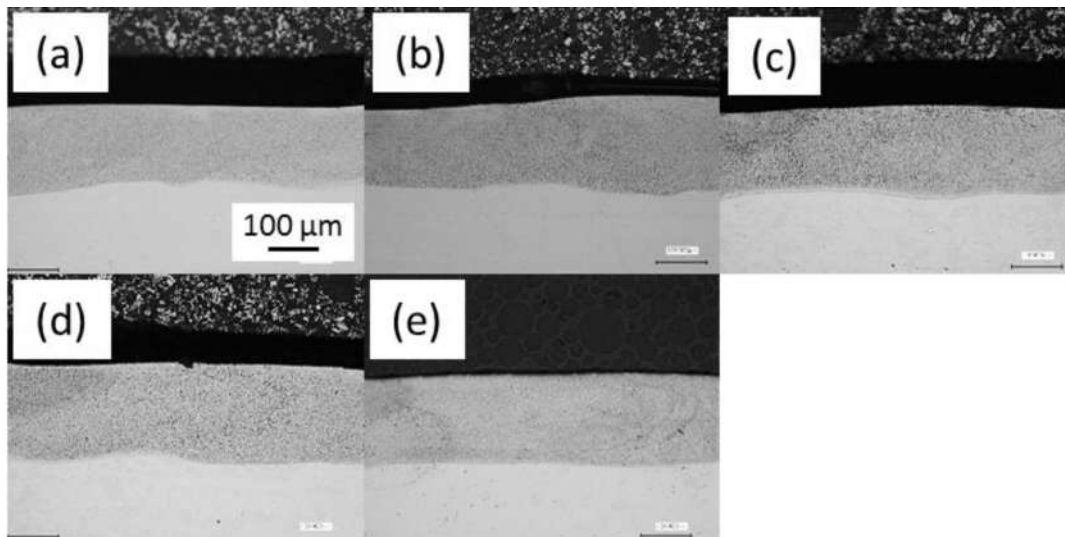


Fig. 5.28 Optical images of cladding layer cross section at the heat input and overlap ratio of 250 J/cm and 60%. Power density of (a), (b), (c), (d) and (e) was 3.9, 4.5, 5.1, 5.7 and 6.3×10^3 W/cm², respectively.

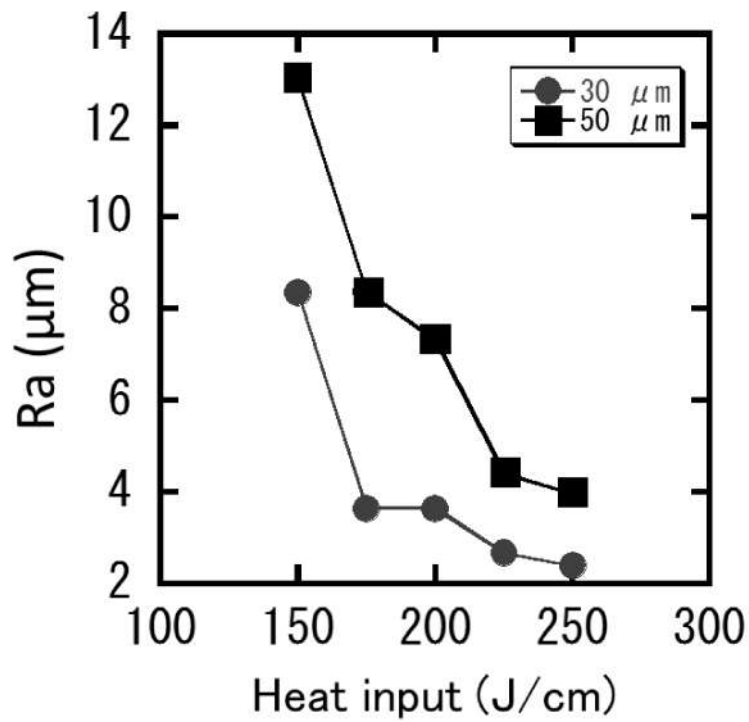


Fig. 5.29 Variation of surface roughness (R_a) as a function of heat input.

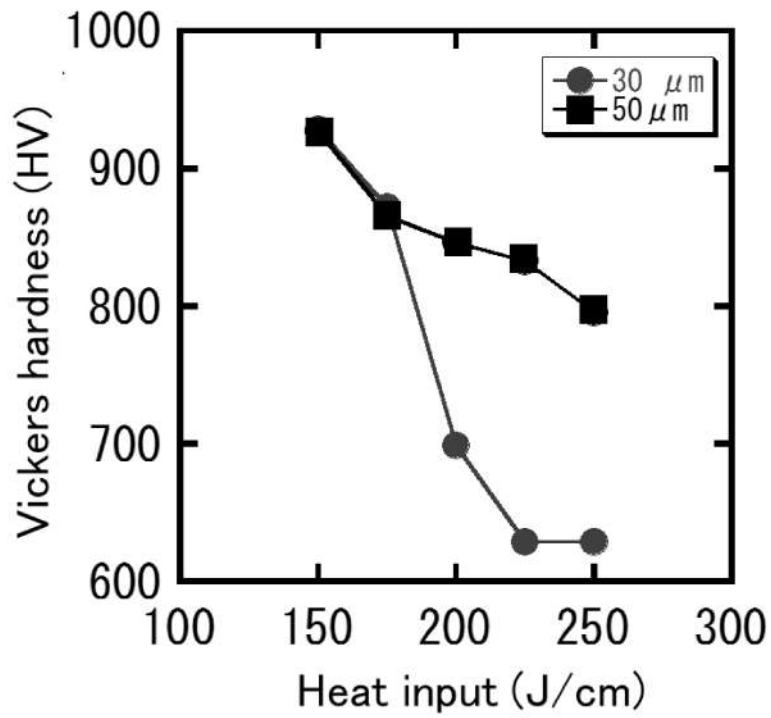


Fig. 5.30 Variation of Vickers hardness as a function of heat input.

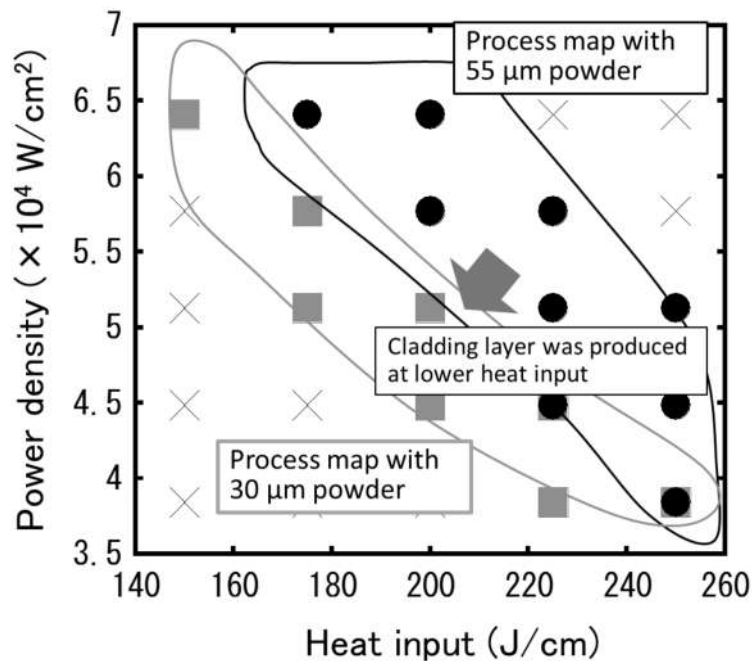


Fig. 5.31 Process map for formation of cladding layer with smooth surface and low dilution by using 30 and 55 μm powder.

から、粒径 30 μm の粉末を用いると、1 回掃引の場合と同様により低入熱の条件で平滑な皮膜が形成可能であることが明らかとなった。Fig. 5.29 および Fig. 5.30 にパワー密度 $5.8 \times 10^4 \text{ W/cm}^2$ で入熱量を変化させた際の Ra およびビッカース硬さのグラフを示す。Ra に関しては、粒径 30 μm の粉末を用いることでより小さな入熱量で平滑な皮膜が形成可能であることが明らかとなった。これに対して、ビッカース硬さは粒径 55 μm の粉末を用いた場合と比較して、より小さな入熱量で低下してしまうことが明らかとなった。これは、粒径が 30 μm の粉末を用いると、熔融した粉末の濡れ性が向上しているため、基板に熱が伝わりやすくなっているためであると考えられる。この結果から、粒径が 30 μm の粉末を用いると、レーザを複数回掃引させる場合は希釈が生じやすくなることが明らかとなった。Fig. 5.31 に粒径 30 μm および 55 μm の粉末を用いた場合の皮膜形成可能条件マップを示す。この結果から、粒径を小さくすると皮膜形成可能条件が低入熱側にシフトすることが明らかとなった。

5.3.3 粉末の粒径制御による熱影響部の低減

Figure. 5.32 に入熱量および粉末の粒径をそれぞれ変化させて形成した皮膜表面の光学顕微鏡像を示す。入熱量が 150 J/cm の条件では、粒径 30 、 40 、 $55 \mu\text{m}$ のどの条件でも皮膜は形成されなかった。入熱量を 162.5 J/cm に増加させると、Fig. 5.32 (a)に示すように粒径が $30 \mu\text{m}$ の条件においてのみ皮膜が形成された。粒径が $40 \mu\text{m}$ および $55 \mu\text{m}$ の条件においては、Fig. 5.32 (e)および (i)に示すように入熱量がそれぞれ 200 および 250 J/cm の条件において皮膜が形成された。これらの結果から、粒径を小さくすることでより小さな入熱量で皮膜形成が可能であることが明らかとなった。粒径が $30 \mu\text{m}$ の粉末を使用する

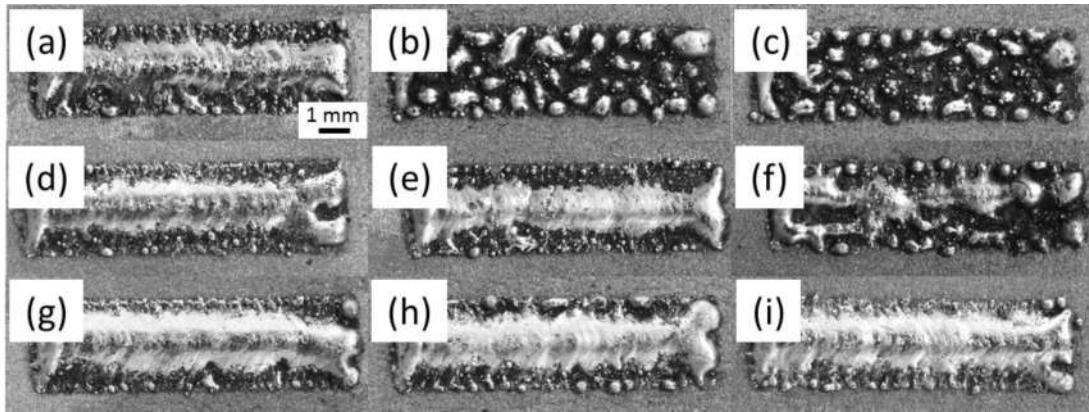


Fig. 5.32 Optical microscope images of cladding layer surfaces for heat inputs of (a-c) 162.5 , (d-f) 200 and (g-i) 250 J/cm , and alloy particle sizes of (a, d and g) 30 , (b, e and h) 40 and (c, f and i) $55 \mu\text{m}$.

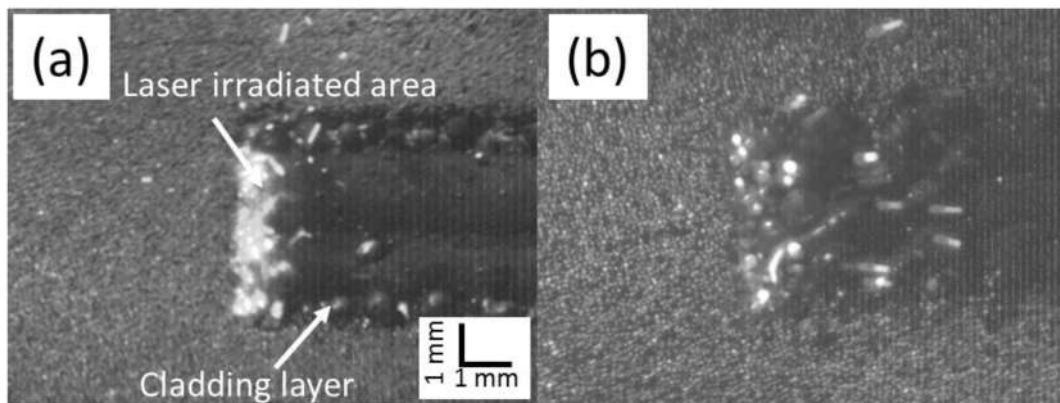


Fig. 5.33 High-speed video images of laser cladding formation with (a) 30 and (b) $55 \mu\text{m}$ size particles.

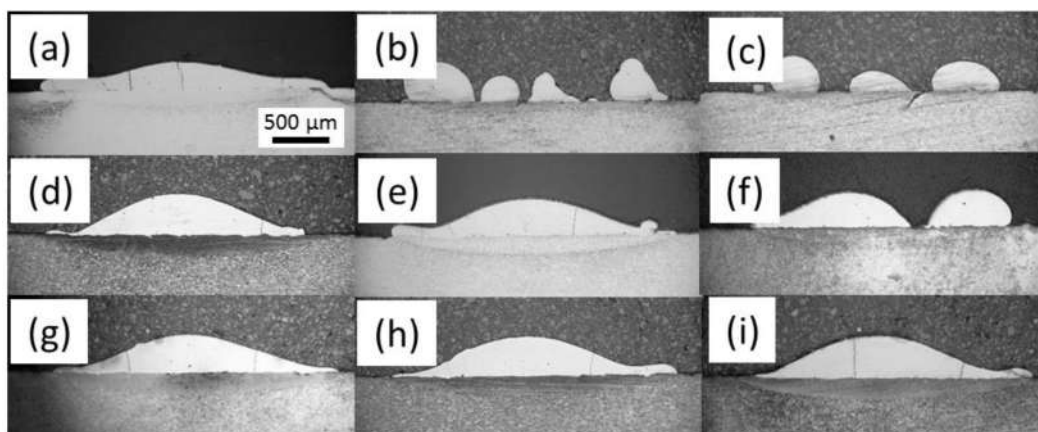


Fig. 5.34 Optical micrograph of cross section of cladding layer formed with heat input of 162.5 J/cm and 30 μm powder.

と、粒径が 55 μm の時と比較して 35% 入熱量が低減可能であることが明らかとなった。

Fig. 5.33 に、粒径が 30 および 55 μm の粉末を用いた時の高速度カメラによる粉末の溶融現象の観察結果を示す。レーザは画像の中央部に照射されており、右から左方向に掃引されている。粒径が 30 μm の条件においては、溶融した粉末が基板上に濡れ広がり皮膜が形成されていることが Fig. 5.32 (a) から分かる。しかしながら、55 μm の粉末を用いた場合、レーザ照射後に溶融した粉末が液滴状になっており皮膜が形成されていないことが Fig. 5.32 (b) から明らかになった。この結果から、粒径が小さな粉末を用いた場合、溶融した粉末の濡れ性が向上していることが分かる。これは、粒子の粒径が小さくなると体積が低減するため、粒子の温度が増加しやすくなったためであると考えられる。この結果、同様の入熱量の条件においてもより小さな入熱で皮膜形成が可能となったと考えられる。

Fig. 5.34 に入熱量及び粉末粒径がそれぞれ 162.5 J/cm、30 μm の条件における断面観察像を示す。基板上部の白い領域が皮膜、皮膜下部の色が変化している領域が HAZ である。この結果から、基板の溶け込みの非常に小さい皮膜が形成されていることが分かる。また、皮膜下部の領域に HAZ が形成されていることが示されている。Fig. 5.35 に皮膜のビッカース硬さプロファイルを示す。ビッカース硬さは皮膜の中央部から、基板に向かって順番に計測している。横軸が皮膜表面からの距離、縦軸がビッカース硬さを示している。この結果から、皮膜部

分のビッカース硬さは 914 HV で、HAZ 領域のビッカース硬さは 780HV、基板のビッカース硬さは 225 HV であることが分かった。これらの結果から、深さ 150 μm の領域まで HAZ が形成されていることが明らかとなった。HAZ の硬さが増大しているのはマルテンサイトが形成されているためであると考えられる⁴⁾。

光学顕微鏡観察結果を基に、HAZ の形成されている面積を測定した。Fig.5.36 にそれぞれ 3 種類の粉末を用いた時の、入熱量に対する HAZ 領域の面積のグラフを示す。横軸を入熱量、縦軸が HAZ の面積となっている。丸印が 30 μm 、四角印が 40 μm 、三角印が 55 μm の粉末を用いた時の結果を示している。この結果から、HAZ の面積は入熱量に対して線形に増加していることが分かった。また、HAZ の面積は粉末の粒径にほとんど依存しないが、粒径が小さな条件のほうがわずかに HAZ の面積が大きいことがわかった。これは、粒径が小さくなったため、基板に熱が伝わりやすくなり熱影響部が拡大したと考えられる。この結果から、HAZ を低減するためには、入熱を低減することが重要であることが明らかとなった。小さな粉末を使用するとより小さな入熱量で皮膜が形成可

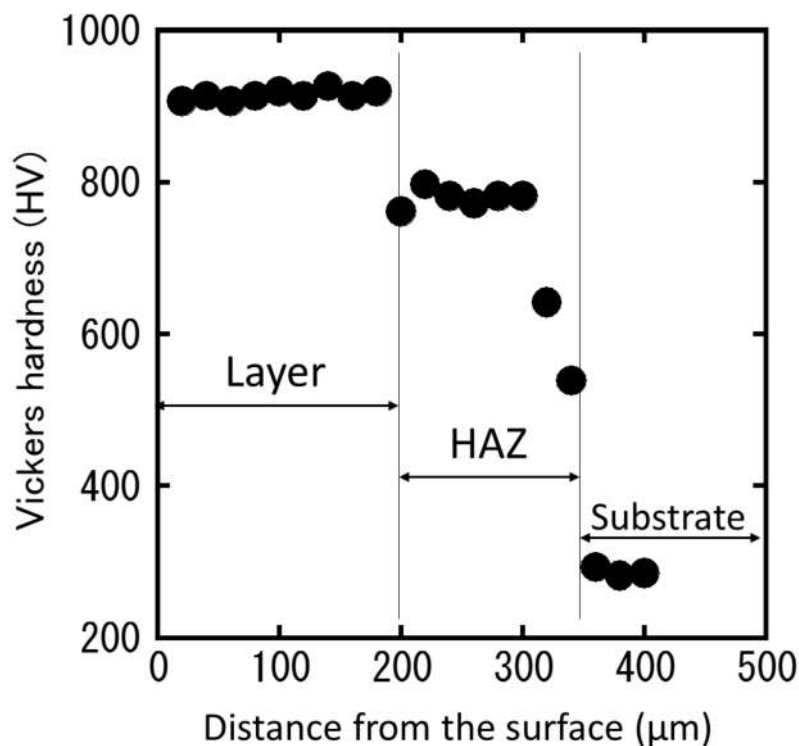


Fig. 5.35 Vickers hardness profile of cross section of cladding layer.

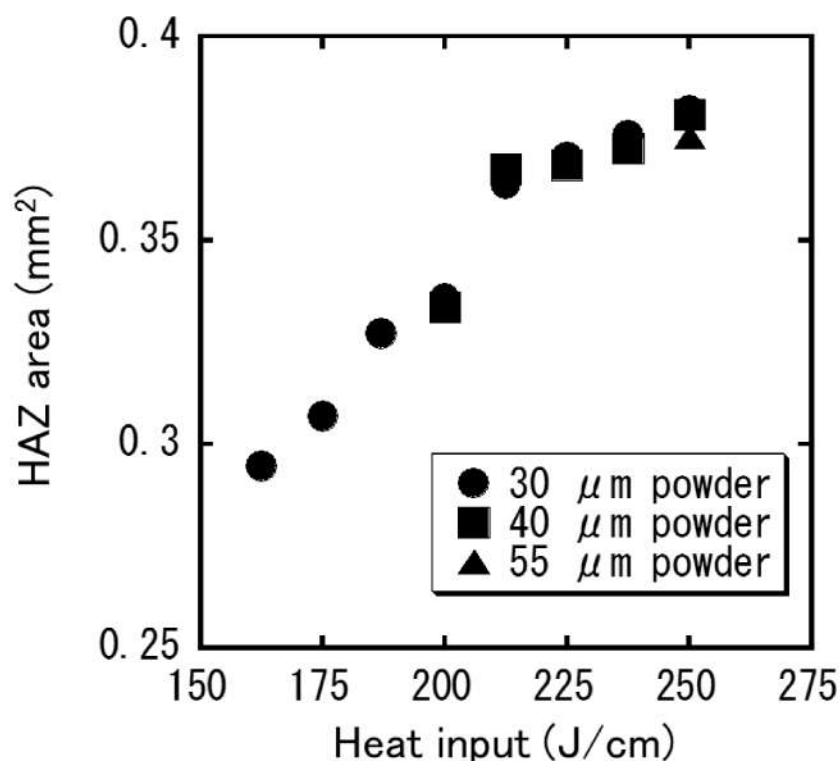


Fig. 5.36 HAZ areas as functions of heat input when using (○) 30, (□) 40 and (Δ) 55 μm alloy particles.

能であるため、HAZを低減するためには小さな粒径の粉末を用いることが有効であることが分かった。

Fig.5.37 に 3 種類の粉末で皮膜形成可能な最小の入熱量における HAZ の面積を示す。横軸が粉末の平均粒径を、縦軸がその粉末で皮膜が形成可能な最少の入熱量における HAZ の面積を示している。この結果から、小さな粉末を用いると、より小さな入熱量で皮膜が形成可能となるので、HAZ の面積が低減できることが分かる。このグラフから、使用した粉末の粒径が 30、40 および 55 μm の条件においては HAZ の面積がそれぞれ 0.29、0.33 および 0.37 mm^2 であることが分かる。この結果から、粒径を 55 μm から 30 μm に変化させることで、HAZ の面積が 22% 低減可能であることが分かった。静置した粉末の厚さは 200 μm で一定としているため、熔融した粉末の体積は一定にもかかわらず、

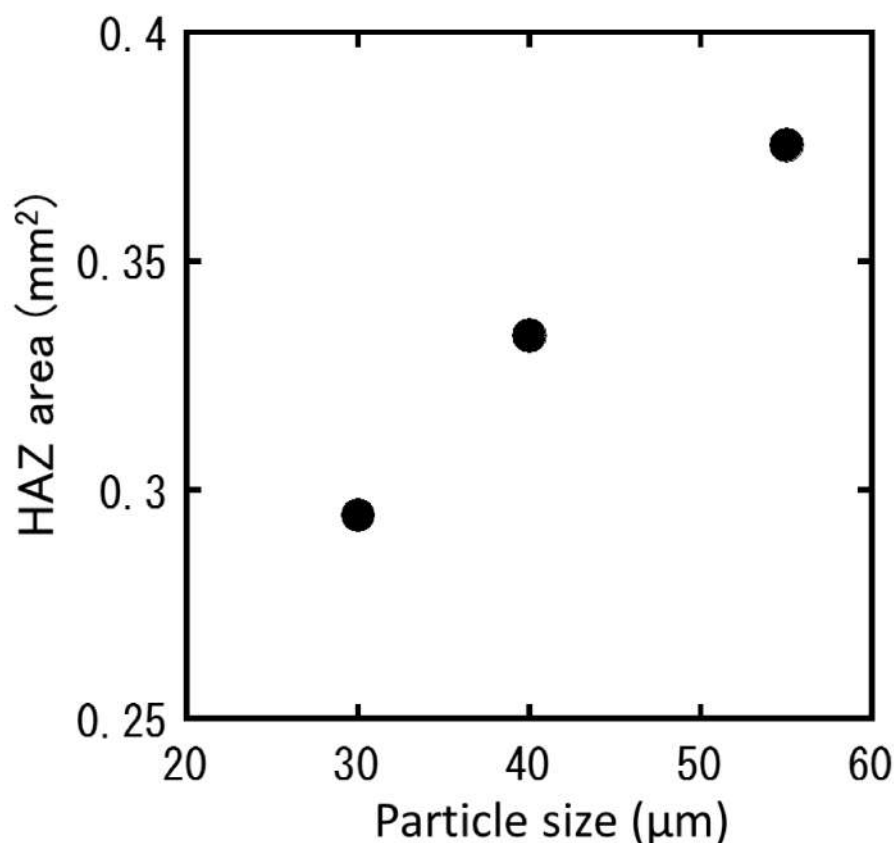


Fig. 5.37 Area of HAZ formed using using 30, 40 and 55 μm alloy particles in conjunction with minimal heat inputs.

粉末の粒径を小さくすることで、HAZ の面積が低減可能であることが示された。

これらの結果から、粉末の粒径を 55 μm から 30 μm に変化させることで成膜に必要な入熱量を低減することが可能であることが明らかとなった。この理由として、Fig. 5.32 の結果からわかるように熔融した材料の濡れ性が変化していることが考えられる。熔融した材料の濡れ性は、一般的に温度を増加させることで、材料の表面張力を低下させ、向上させることが可能である。熔融した粉末の接触角が 90° 以下となると、材料は濡れていく傾向を示す。このため、粒径が小さな粉末を用いた場合濡れ性が向上していると考えられる。1.4 節で述べたように、粉末材料は熱伝導率が粒径によって変化する⁵⁾。しかしながら、今回使用した粉末の粒径の範囲では顕著な変化は生じないと考えられる⁵⁾。このことから、Fig. 5.1 に示したように、粒径が変化したことにより粉末の温度の増加速度が向上したことが、低入熱で皮膜形成が可能となったことの要因であると考え

えられる。すなわち、粒径を小さくすることで熔融した粉末の接触角が 90° 以下となる温度に達する時間が短くなり、低入熱で皮膜形成が可能となったと考えられる。これに対して、粒径が大きな粉末では接触角が 90° 以下になる時間が長くなるため、周囲の粉末との凝集が生じてしまい、温度が増加しにくくなった結果皮膜が形成されなくなると考えられる。Fig. 5.34 (b)および(c)からわかるように、基板上に皮膜がぬれ広がっていない条件においても、熔融した材料が基板と接合されていることがわかる。このことから熔融した粉末材料の接触角が 90° 以下となる温度は機械構造用炭素鋼 S45C の融点である約 1500°C 程度であることがわかる。このことから、低入熱で皮膜を形成するためには、粉末の温度が 1500°C 以上に到達する時間を短くし、凝集を抑制することが重要であると考えられる。

5.4 まとめ

粒径 $30\ \mu\text{m}$ の Ni-Cr-Si-B 合金粉末を用いて 304 型ステンレス鋼基板上に皮膜形成実験を行った。この結果、粒径が $30\ \mu\text{m}$ の粉末を用いると、粒径 $55\ \mu\text{m}$ の粉末を用いた場合と比較してより小さな入熱量で皮膜形成が可能であることが示された。また、レーザを複数回掃引させて $10\text{mm}\times 10\text{mm}$ の皮膜を形成するとより低入熱の条件で皮膜形成が可能であるが、希釈が発生する閾値が低下することが明らかとなった。このことから、粒径 $30\ \mu\text{m}$ の粉末を用いると、平滑で希釈が小さな皮膜を形成するための条件が低入熱側にシフトすることが明らかとなった。粒径を 30、40 および $55\ \mu\text{m}$ の粉末を用いて同様の実験を機械構造用炭素鋼 S45C 基板に対して行った。この結果、304 型ステンレス鋼基板を用いた場合と同様に、小さな粒径の粉末を用いることでより低入熱で皮膜が形成可能であることが明らかとなった。このとき、皮膜形成に必要な入熱量は約 35% 低減可能であることが明らかとなった。高速度カメラを用いて粉末の熔融挙動を観察した結果、粒径が大きな粉末を用いると、熔融した粉末が濡れ広がらず凝集していることが明らかとなった。これに対して、粒径が小さな粉末を用いると熔融した粉末が濡れ広がっており、このことから、粒径が小さな粉末は温度が上昇しやすいことが示された。光学顕微鏡を用いて基盤に形成された HAZ の面積を測定した。この結果、機械構造用炭素鋼 S45C 基板上に Ni-Cr-Si-B 合金

皮膜を形成すると HAZ が形成されることが明らかとなった。このとき、基板、HAZ および皮膜のビッカース硬さは、それぞれ 228、728 および 918 HV であることが明らかとなった。このことから、皮膜形成によって基板にマルテンサイト相が形成されたと考えられると考えられる。基板に形成された HAZ の面積は粉末の粒径に依存せず、入熱量に比例して増大することが明らかとなった。このため、より小さな入熱量の粉末を用いると、Ni-Cr-Si-B 合金皮膜はより小さな入熱量で形成可能となるので、結果として HAZ の面積の低減が可能となった。HAZ の面積は、粒径 55 μm の粉末から 30 μm の粉末に小さくすることで約 22%低減可能であった。

参考文献（第 5 章）

- 1) T. Baldridge, G. Poling, E. Foroozmehr, R. Kovacevic, T. Metz and V. Kadekar, “Laser cladding of Inconel 690 on Inconel 600 superalloy for corrosion protection in nuclear applications”, *Optics and Lasers in Engineering*, Vol. 51 (2013), 180-184
- 2) H. Gedda, A. Kaplan and J. Powell, “Melt-Solid Interactions in Laser Cladding and Laser Casting”, *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 36 (2005), 683-689
- 3) R. A. Ricks, N. J. E. Adkins and T. W. Clyne, ”Production of Ultrafine Aluminium Powder by High Pressure Gas Atomization”, *Powder Metallurgy*, Vol. 29 (1986), 27-32
- 4) P. Xu, C. Lin, C. Zhou and X. Yi, “Wear and corrosion resistance of laser cladding AISI 304 stainless steel/Al₂O₃ composite coatings”, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 238 (2014), 9-14
- 5) A. V. Gusarov and E. P. Kovalev, “Model of thermal conductivity in powder beds”, *Physical Review B*, Vol. 80, (2009), 02402

第 6 章 結論

本論文では、集光性が優れパワー密度が高く、入熱の精密な制御が可能であるといった特徴を有するレーザを用いた表面改質技術であるレーザクラッディングに関する研究を行った。レーザクラッディングにおいて、希釈の小さな皮膜の形成および基板への熱影響の低減が重要である。そこで、本研究では耐摩耗性・耐腐食性に優れる Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を 304 型ステンレス鋼基板及び機械構造用炭素鋼 S45C 基板上に形成した。この時、レーザの集光点における空間強度プロファイルが皮膜特性に与える影響に着目し、高速度カメラ観察を通じて粉末の凝集がレーザ照射部において生じることを明らかにした。粉末の凝集が生じると、皮膜の希釈が増大してしまい、皮膜形成のために必要な入熱量も増大することを明らかにした。また、粉末の凝集の原因はレーザの強度が低下する領域が存在することであることを明らかにした。そこで、半導体レーザのスポットを複数集光点で重ね合わせることで、レーザの強度が低下する領域が小さい、フラットトップビームを有する集光光学系の設計を行った。この結果、安価で単純な構成でフラットトップビームを有する集光光学系の開発に成功し、 $2600 \times 300 \text{ } \mu\text{m}$ のラインビームの形成に成功した。このビームを用いて、Ni-Cr-Si-B 合金皮膜を形成すると、粉末の凝集が抑制されるとともに、皮膜の希釈の低減および表面粗さの低下が可能となることを明らかにした。また、レーザの照射時のパラメーターであるオーバーラップ率、パワー密度および入熱量が皮膜特性に与える影響を明らかにした。レーザクラッディングにおける更なる入熱量の低減のために、粉末の粒径に着目し、より小さな粒径の粉末を用いることで、皮膜形成に必要な入熱量の低減が可能であることを明らかにした。基板に形成される HAZ の領域は入熱量に比例するので、より小さな粒径の粉末を用いることによって、入熱量を低減して皮膜形成が可能となり、HAZ の領域の低減に成功した。

本論文によって得られえた主要な結果について各章ごとに統括する。

第 1 章では、表面改質技術の必要性と、レーザクラッディングの従来法に対

する優位性を述べ、レーザクラディングにおける解決すべき問題点を提示した。そして、本研究の目的および構成について概説した。

第2章では、ダイレクトダイオードレーザを用いて、304型ステンレス鋼基板上にNi-Cr-Si-B合金皮膜の形成を行い、レーザ照射条件が皮膜形成に与える影響について検討を行った。また、レーザ照射時における材料粉末の挙動の高速度観察を行った。高速度観察の結果をもとに、ビーム整形を行い、皮膜の表面粗さ及びビッカース硬さの改善を行った。その結果、掃引速度、レーザ出力及びオーバーラップ率をそれぞれ変化させて実験を行ったところ、投入熱量が小さい時は皮膜の凹凸が大きく、大きい時は皮膜が基板に溶込むことが分かった。オーバーラップ率を増加させることで、皮膜表面を平滑にすることが可能であることが分かった。また、掃引速度、レーザ出力及びオーバーラップ率を制御することは希釈を抑制できないことが分かった。これは、レーザ照射時における、溶融池の周辺材料粉末が凝集し、基板が露出した領域が形成され、そこにオーバーラップしたレーザが直接照射されるためであると考えられる。銅製マスクを用いてビームのレーザ強度が低い領域を除去することによって、皮膜の表面形状が改善され、希釈を低下させることができることが分かった。

第3章では、フラットトップビームを形成するために、24本のファイバークップル半導体レーザを用いた集光光学系の開発を行った。フラットトップビームを形成するために、ファイバのコアを像転送し、重ね合わせる手法を提案した。このとき、像転送され形成されたレーザスポットの直径が $200\text{ }\mu\text{m}$ であるとき、スポットの間隔が $100\text{ }\mu\text{m}$ となるようにスポットを重ね合わせることでフラットトップビームが形成可能であることを示した。この計算結果を基に、集光光学系を設計した結果、レーザ強度が一様な領域の長さは $2300\text{ }\mu\text{m}$ 、レーザ強度が低下していく領域は $270\text{ }\mu\text{m}$ のフラットトップビームが形成された。

第4章では、フラットトップビームを有する半導体レーザを用いて、Ni-Cr-Si-B合金皮膜を304型ステンレス鋼基板上に形成した。パワー密度を $3.9\sim 6.3\times 10^4\text{ W/cm}^2$ 、掃引速度を変化させることで入熱量を $150\sim 250\text{ J/cm}$ で変化させて皮膜

を形成した。この結果、パワー密度および入熱量をそれぞれ制御することで、希釈が小さな皮膜が形成可能な条件が明らかとなった。高速度カメラ観察の結果、レーザの集光点における強度分布を制御することで、粉末の凝集を抑制することが可能であることが明らかとなった。このため、ビームをオーバーラップさせて 10 mm×10 mm の大きさの皮膜を形成すると、皮膜の表面粗さおよび希釈を低減することが可能であることが明らかとなった。

第 5 章では、粒径 30 μm の Ni-Cr-Si-B 合金粉末を用いて皮膜形成実験を行った。この結果、粒径が 30 μm の粉末を用いると、粒径 55 μm の粉末を用いた場合と比較してより小さな入熱量で皮膜形成が可能であることが示された。また、レーザを複数回掃引させて 10 mm×10 mm の皮膜を形成するとより低入熱の条件で皮膜形成が可能であるが、希釈が発生する閾値が低下することが明らかとなった。このことから、粒径 30 μm の粉末を用いると、平滑で希釈が小さな皮膜を形成するための条件が低入熱側にシフトすることが明らかとなった。粒径が 30、40 および 55 μm の粉末を用いて同様の実験を機械構造用炭素鋼 S45C 基板に対して行った。この結果、304 型ステンレス鋼基板を用いた場合と同様に、小さな粒径の粉末を用いることでより低入熱で皮膜が形成可能であることが明らかとなった。高速度カメラを用いて粉末の溶融挙動を観察した結果、粒径が大きな粉末を用いると、溶融した粉末が濡れ広がらず凝集していることが明らかとなった。これに対して、粒径が小さな粉末を用いると溶融した粉末が濡れ広がっており、このことから、粒径が小さな粉末は温度が上昇しやすいことが示された。基板に形成された HAZ の面積は粉末の粒径に依存せず、入熱量に比例して増大することが明らかとなった。より小さな入熱量の粉末を用いると、Ni-Cr-Si-B 合金皮膜はより小さな入熱量で形成可能となるので、結果として HAZ の面積の低減が可能となった。HAZ の面積は、約 22%低減可能であった。

第 6 章は、結論であり、本研究で得られた結果を要約して示した。

謝辞

本研究の遂行及び本論文の執筆は、大阪大学接合科学研究所 塚本雅裕 准教授の懇切な御指導と御鞭撻を賜って遂行し得たものであり、謹んで感謝の意を表します。

本論文をまとめるにあたり有益な御教授と御討論を賜りました、大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 生産科学コース 廣瀬明夫 教授、望月正人 教授、同大学接合科学研究所 田中 学 教授に深く感謝いたします。

また、本研究の遂行にあたり、博士前期および後期課程において懇切丁寧なご指導と御助言を頂きました大阪大学接合科学研究所 阿部信行 特任教授に深く御礼申し上げます。

実験の遂行にあたり、御指導、御助言をいただきました大阪大学接合科学研究所接合プロセス研究部門加工プロセス学分野 佐藤雄二 特任研究員、NEDO 未来開拓プロジェクト室 永塚公彬 特任助教に大変感謝申し上げます。

本研究を進めるにあたり、公私にわたり御助言及び御協力を賜りました、大阪富士工業共同「先進機能性加工」共同研究部門 山崎裕之 特任准教授、林良彦 特任助教、日本原子力研究開発機構 村松壽晴 レーザー共同研究所 所長、菖蒲敬久 博士、石川県工業試験場 舟田義則 主任研究員、山下順広 研究員、株式会社村谷機械製作所 村谷外博氏、能和功 氏、左近佑 氏、大阪大学接合科学研究所ならびに同大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻の諸先生方に厚くお礼申し上げます。

研究生生活を共に送り大変お世話になりました、大阪大学大学院工学研究科博士後期課程卒業 篠永東吾 博士、大阪大学大学院工学研究科博士前期課程卒業 山下智史 氏、刀根大輔 氏、川口敦史 氏、堀口直人 氏、伊藤雄一郎 氏、中井一樹 氏、西井諒介 君、原 一之 君、宮川和也 君、河拓也 君、松岡史浩 君、近畿大学大学院総合理工学研究科博士前期課程卒業 成山達也 君に感謝いたします。研究生生活で苦楽を共にし、激励を交わしました、大阪大学大学院工学研究科博士前期課程 中畔哲也 君、三宅正誉志 君、山下顕資 君、大賀隆寛 君、山縣秀人 君、大阪大学工学部応用理工学科 竹中啓輔 君、近畿大学大学院総合理工学研究科博士前期課程 仙石正則 君、近畿大学理工学部電気電子学科 百合一馬 君、西貴哉 君に感謝いたします。

終わりに、大阪大学大学院工学研究科博士後期課程の研究生生活にあたり、精神的、経済的に支えて戴きました父母に深く感謝致します

業績目録

1. 学術雑誌等（査読有）

[1-1] 谷川大地, 塚本雅裕, 篠永東吾, 永井亜希子, 塙隆夫, 山下仁大, 枡野振一郎, 高橋謙次郎, 藤崎晃, 阿部信行, “高繰り返しナノ秒ファイバーレーザを用いた Ti-6Al-4V 合金への微細周期構造形成”, レーザ加工学会誌, Vol. 20, No. 2, pp48-53, 2013

[1-2] 谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラディングにおけるビームプロファイルが皮膜特性に及ぼす影響”, レーザ加工学会誌, Vol. 21, No.2, pp48-53, 2014

[1-3] D.Tanigawa, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Effect of laser path overlap on surface roughness and hardness of the layer in laser cladding”, Science and Technology of Welding and Joining, Volume 20, pp. 601-606 Issue 7, 2015

[1-4] Y. Sato, M. Tsukamoto, S. Masuno, Y. Yamashita, K. Yamashita, D. Tanigawa, N. Abe, “Investigation of the microstructure and surface morphology of a Ti6Al4V plate fabricated by vacuum selective laser melting”, Applied physics A: Materials Science & Processing, Volume 122, pp. 439-443 2016

2. 受賞

[2-1] D. Tanigawa, Poster Presentation Award 1st place, October 2014, International Congress on Applications of Lasers & Electro- Optics (ICALEO) 2014

[2-2] 谷川大地, 第 35 年次大会論文発表奨励賞, 5 月 29 日, 2015, レーザー学会学術講演会 第 35 回年次大会

[2-3] D. Tanigawa, The HPL 2015 Best Student Presenter, May 29 2015, International Congress on Laser Advanced Materials Processing (LAMP) 2015.

3. 国際会議におけるプロシーディング（査読無）

[3-1] D. Tanigawa, M. Tsukamoto, T. Shinonaga, S. Masuno, K. Takahashi, A. Nagai, T. Hanawa, K. Yamashita and N. Abe, “Formation of periodic microstructures by nanosecond fiber laser irradiation on Ti-6Al-4V alloy for improving biofunction” Proceedings of the Visual-JW 2012

[3-2] D.Tanigawa, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Dynamic Observation of Formation Process in Laser Cladding Using High Speed Video Camera”, Proceedings of International Congress on Applications of Lasers

& Electro-Optics 2013, pp. 448-452, 2013

[3-3] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Experimental Analysis of the Influence of beam profile on cladding layer formation phenomena”, Proceedings of International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics 2014, pp. 1092-1095, 2014

[3-4] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Influence of process parameters on Ni-Cr-Si-B alloy layer properties in laser cladding ”, Proceedings of International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics 2015, pp. 1092-1095, 2015

[3-5] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Study on the influence of beam profile in laser cladding phenomena by high speed video observation”, Proceedings of the Visual-JW 2014

4. 学術雑誌等又は商業誌における解説、総説（査読有）

[4-1] **谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “低出力レーザクラディングによる薄膜形成”, レーザ加工学会誌, Vol. 21, No. 1, pp1-5, 2014

5. 国際会議における発表（以下、全て査読無）

[5-1] **D. Tanigawa**, M. Tsukamoto, T. Shinonaga, S. Masuno, K. Takahashi, A. Nagai, T. Hanawa, K. Yamashita and N. Abe, “Formation of periodic microstructures by nanosecond fiber laser irradiation on Ti-6Al-4V alloy for improving biofunction” Visual-JW 2012, Osaka, Japan November 2012（ポスター発表）

[5-2] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Dynamic Observation of Formation Process in Laser Cladding Using High Speed Video Camera”, International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO) 2013 Miami, FL, USA, October 2013（口頭発表）

[5-3] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Dynamic observation of laser cladding phenomena with high speed video camera” , International Congress on Laser Advanced Materials Processing (LAMP) 2013, Niigata, Japan,（口頭発表）

[5-4] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Study on the influence of beam profile in laser cladding phenomena by high speed video observation”, International Congress on Laser Advanced Materials Processing (LAMP) 2014, Osaka, Japan November 2014（ポスター発表）

[5-5] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M.

Yoneyama, “Experimental Analysis of the Influence of beam profile on cladding layer formation phenomena”, International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO) 2014, San Diego, CA, USA, October 2014 (ポスター発表)

[5-6] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Effect of particle diameter on heat input in laser cladding”, International Congress on Laser Advanced Materials Processing (LAMP) 2015, Kitakyushu, Japan, May 2015 (ポスター発表)

[5-7] **D.Tanigawa**, N. Abe, M. Tsukamoto, Y. Hayashi, H. Yamazaki, Y. Tatsumi and M. Yoneyama, “Influence of process parameters on Ni-Cr-Si-B alloy layer properties in laser cladding”, International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics (ICALEO) 2015, Atlanta, GE, USA, October 2015 (口頭発表)

6. 国内学会・シンポジウム等における発表（以下、全て査読無）

[6-1] **○谷川大地**, 塚本雅裕, 篠永東吾, 山下智史, 堀口直人, 高橋雅也, 阿部信行, “短パルスレーザー照射による酸化亜鉛の材料特性変化Ⅱー透明導電膜へのフェムト秒レーザー照射ー”, レーザー学会学術講演会 第 32 回年次大会, 仙台, 2012 年 1 月 (口頭発表)

[6-2] 阿部信行, 塚本雅裕, **○谷川大地**, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラディングに関する基礎的研究ー高速度ビデオカメラによる成膜メカニズムの検討ー”, 溶接学会 平成 25 年度春季全国大会, 東京, 2013 年 4 月 (口頭発表)

[6-3] **○谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラディングに関する基礎的研究第 2 報ー成膜プロセスに及ぼすビームプロファイルの影響ー”, 溶接学会 平成 25 年度秋季全国大会, 東京, 2013 年 9 月 (口頭発表)

[6-4] **○谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラディングに関する基礎的研究”, レーザー学会第 451 回研究会「次世代レーザー加工」, 愛知, 2013 年 10 月 (口頭発表)

[6-5] **○谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, 舟田義則, 森正和, “半導体レーザーによる微細アニーリング”, レーザー学会学術講演会 第 34 回年次大会, 福岡, 2014 年 1 月 (口頭発表)

[6-6] **○谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラディングにおけるビームプロファイルが皮膜特性に及ぼす影響”, 溶接学会高エネルギービーム加工研究委員会, 大阪, 2014 年 2 月 (口頭発表)

[6-7] **○谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, “半導体レーザーによる Ni 基自溶性合金皮膜の形成”, 第 6 回レーザー学会次世代産業用レーザー技術専門委員会, 神奈川, 2014 年 3 月 (口頭発表)

[6-8] **○谷川大地**, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹

男, “レーザクラッディングに関する基礎的研究 (第 3 報) ビームパラメーターが皮膜特性に及ぼす影響”, 溶接学会 平成 26 年度春季全国大会, 東京, 2014 年 4 月 (口頭発表)

[6-9] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラッディングの成膜条件が皮膜特性に及ぼす影響”, 第 81 回レーザ加工学会講演会, 大阪, 2014 年 5 月 (ポスター発表)

[6-10] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “粉末粒径が成膜条件に及ぼす影響 -レーザクラッディングに関する基礎的研究 (第 4 報) -”,

溶接学会 平成 26 年度秋季全国大会, 富山, 2014 年 9 月 (口頭発表)

[6-11] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラッディングによる Ni 基自溶性合金皮膜形成”, 第 466 回レーザー学会研究会「次世代レーザー加工」, 尼崎, 2014 年 10 月 (口頭発表)

[6-12] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラッディングにおける成膜現象の観察”, レーザー学会学術講演会 第 35 回年次大会, 東京, 2015 年 1 月 (口頭発表)

[6-13] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “導体レーザ照射により形成した皮膜表面に及ぼすパワー密度の影響”, 第 82 回レーザ加工学会講演会, 東京, 2015 年 1 月 (ポスター発表)

[6-14] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “入熱量に与える粉末粒径の影響 -レーザクラッディングに関する基礎的研究(第 5 報)-”, 溶接学会 平成 27 年度春季全国大会, 東京, 2015 年 4 月 (口頭発表)

[6-15] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男”, 溶接学会高エネルギービーム加工研究委員会, 東京, 2015 年 5 月 (口頭発表)

[6-16] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラッディングにおけるパワー密度が皮膜硬さに与える影響”, 第 83 回レーザ加工学会講演会, 大阪, 2015 年 6 月 (ポスター発表)

[6-17] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “直噴型粉末供給レーザクラッディングにおける成膜現象”, 溶接学会 平成 27 年度秋季全国大会, 東京, 2015 年 9 月 (口頭発表)

[6-18] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラッディングにおける粉末粒径が基板熱影響部に与える影響”, レーザー学会第 36 回年次大会, 名古屋, 2016 年 1 月

[6-19] ○谷川大地, 阿部信行, 塚本雅裕, 林良彦, 山崎裕之, 辰巳佳宏, 米山三樹男, “レーザクラッディングにおける基板熱影響部低減におよぼす粉末粒径の影響”, 第 84 回レーザ加工学会, 名古屋, 2016 年 1 月