

レーザ照射によるオーステナイト系ステンレス鋼の結晶粒微細化*

山口 富子**, 今村 直秀***, 加藤 光昭****, 西尾 一政**

Grain Refinement of Austenitic Stainless Steel by Laser Irradiation*

by YAMAGUCHI Tomiko**, IMAMURA Naohide***, KATOH Mitsuaki**** and NISHIO Kazumasa**

In structural materials, it is investigated to make crystal grain size less than $1\mu\text{m}$ in order to improve strength and toughness. Authors reported that fine ferrites were obtained by laser irradiation in steel. However, it is not made clear that an effect of laser irradiation on the materials which do not have a transformation. In this study, we performed laser irradiation for austenite stainless steel SUS304 as the materials which did not have a transformation and investigated an effect of laser irradiation on grain refinement. Solution treatments were performed for SUS304 and their initial grain size became 23 and $68\mu\text{m}$. Then they were given four kinds of strain ε and irradiated laser under some laser traveling speeds v and some defocus distances fd . As the result, they became recrystallization grain and their size were obtained about 10 and $15\mu\text{m}$, for initial grain size respectively, under the best condition (laser power=1.5kW, $fd=60\text{mm}$, $v=350\text{ mm/min}$, $\varepsilon=40\%$). Then a recrystallization grain size was caused by each factor of laser traveling speed (heating temperature, heating time), strain and defocus distance. Furthermore, as an electro-gas arc weld of SUS304, the grain size was $40\mu\text{m}$ in heat affected zone, was irradiated after shot peening, it was clarified that fine grain was obtained from 10 to $15\mu\text{m}$ at the heat affected zone.

Key Words: laser irradiation, austenite stainless steel, recrystallization, strain, grain size, grain refinement

1. 緒 言

構造用金属材料において、強度及び靱性を向上させるため結晶粒径を $1\mu\text{m}$ 以下まで超微細化する研究が行われている。1997年より開始された国家プロジェクト「スーパーメタルプロジェクト」¹⁾と「STX21：超鉄鋼プロジェクト」をきっかけとして、日本国内だけでなく韓国や中国等の国外においても同様の国家プロジェクトが推進され、結晶粒超微細化の研究が進展してきた²⁾。一方、著者らは低炭素鋼に対してYAGレーザを繰返し照射することにより、フェライトを微細化できることを報告している^{3, 4)}。この方法は一度粗大化した結晶粒も微細化することができ、また必要な箇所のみでの微細化が可能である等の利点があり、有効的な方法と考えられる。

低炭素鋼に対してはこのように、 A_1 変態を繰返し生じさせることにより、結晶粒が微細化される。しかしながら、固相変態を有しない材料については、レーザ照射による効果は明らかにされていない。そこで、本研究では固相変態を有しない材料としてオーステナイト系ステンレス鋼

SUS304を用い、レーザ照射による結晶粒の微細化効果を検討した。さらに、SUS304の溶接部についても検討した。

2. 使用材料及び実験方法

本実験で使用したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304の化学組成を Table 1 に示す。これを板厚 2 mm、長さ $300\times$ 幅 80 mm に切断し、 1000°C で30及び 120 min の溶体化処理後、台形状の試験片に加工し、10~40%の引張ひずみを与えた。一方、板厚 25 mm、長さ $200\times$ 幅 100 mm のエレクトロガスアーク溶接材に対しては、Table 2 に示す条件でショットピーニングを施した。ショットピーニングを施した試料表面から 0.1 mm 間隔で深さ 0.5 mm までビッカース硬さを測定し（測定荷重：300 g 及び荷重時間：30 s）、ひずみに換算した結果、表面には約 40% のひずみが導入されていることが分かった。この際、Fig. 1 に示す溶体化処理材の硬さとひずみの関係を用いた。

YAG レーザ照射に先だって、ひずみが導入された試料表

Table 1 Chemical composition of SUS304 plate used (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
0.10	0.56	0.80	0.019	0.009	17.8	8.08

Table 2 Shot peening condition

Shot material	Blast pressure	Nozzle diameter	Blast distance	Angle	Time	Strain
Steel(TSH140)	0.49MPa	6.8mm	100mm	90°	41s	40%

*受付日 平成21年6月17日 受理日 平成21年9月29日 平成19年5月第188回溶接冶金委員会にて発表
**正 員 九州工業大学 九州工業大学 Member, Kyushu Institute of Technology
*** 九州工業大学大学院生、現在：日新製鋼(株) Graduate Student, Kyushu Institute of Technology, Present address: Nissin Steel Co., Ltd.
****正 員 九州工業大学 名誉教授 Member, Kyushu Institute of Technology

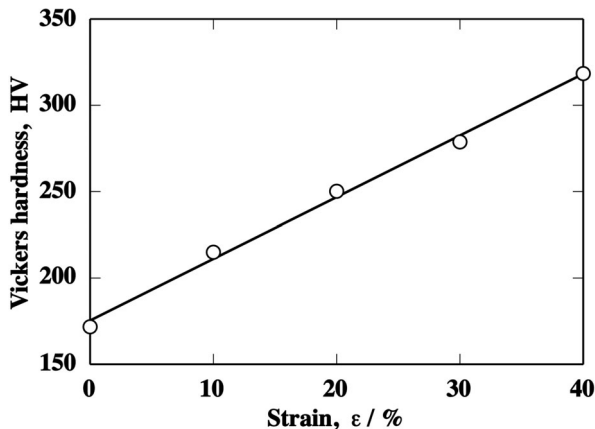


Fig. 1 Relation between Vickers hardness and strain of SUS304

面をエメリー紙 #400～#2000 で研磨し、アセトンにより表面を洗浄した。その後、定格出力 2kW のランプ励起 YAG レーザ（伝送ファイバーコア径： $\phi 0.6$ mm）加工機を用いて、レーザ出力 1.5kW、Ar シールドガス流量 30 L/min と一定にして、基材に対しては焦点外し距離 f_d を 50, 60 及び 70 mm 並びにレーザ移動速度 v を 250 から 600 mm/min の範囲で変化させて、試料中央部に長さ 100 mm のレーザ照射を行った。溶接材に対しては焦点外し距離 f_d を 50 mm、レーザ移動速度 v を 200, 300, 400 及び 500 mm/min で熱影響部に溶接ビードと平行に長さ 100 mm の YAG レーザ照射を行った。

試料表面の熱サイクルは Quick Welder（(株)計算力学研究センター製）により計算した。まず、裏面側から開けた直径 1.5 mm の穴底に R 熱電対を取り付けて試料表面にレーザ照射した際の熱サイクルを測定した。穴を開ける際、穴底は細粒域にくるようにした。次に、実測した試料のモデルを作り、実測した熱サイクルに近くなるように因子を変化させ、計算した。そして、この結果を利用して溝のない試料のモデルを作成し、試料表面の熱サイクルをシミュレーションした。

マイクロ組織は試料断面を鏡面研磨の後、10% しょう酸水溶液中で電流 1 A、時間 90 s で電解腐食して観察した。結晶粒径は切片法を用いて、基材のレーザ照射部においては照射中心部の試料表面から 0.1 mm 間隔で深さ 0.6 mm まで測定した。溶接熱影響部においては試料表面から板厚方向に 0.05 mm 間隔で深さ 0.25 mm までの結晶粒径及びボンド部から熱影響部の方向へ 0.1 mm 間隔で 0.5 mm までの結晶粒径を測定した。一部結晶方位測定・解析装置（EBSD）を用いて結晶粒径を測定した。

3. 実験結果及び考察

3.1 SUS304 鋼板に対する検討

3.1.1 初期結晶粒径 23 μ m の溶体化処理材に対する検討

(1) ミクロ組織観察

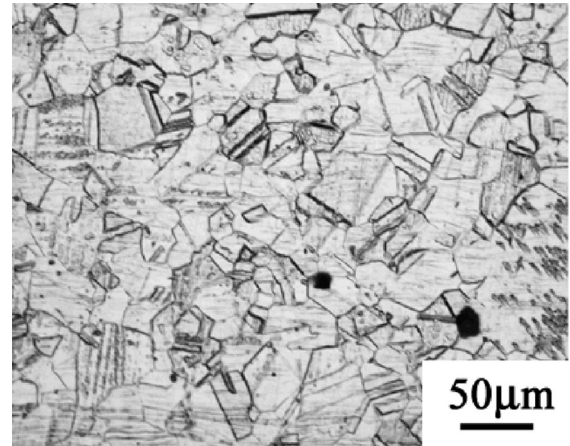


Fig. 2 Microstructure of SUS304 after solution treatment (1000°C x30min)

1000°C で 30 min の溶体化処理を行った試料の断面ミクロ組織を Fig. 2 に示す。平均結晶粒径は 23 μ m である。また、 $\epsilon=10, 20, 30$ 及び 40% の予ひずみ材の結晶粒径はそれぞれ 24, 23, 24 及び 23 μ m であり、予ひずみの大きさにほとんど依存しなかった。

Fig. 3 にレーザ照射を行った組織の一例として焦点外し距離 $f_d=60$ mm 及びレーザ移動速度 $v=350$ mm/min で照射したときの断面ミクロ組織を示す。予ひずみが $\epsilon=30\%$ 以上において微細な結晶粒が認められる。ミクロ組織より切片法を用いて結晶粒径を測定すると、予ひずみ $\epsilon=10, 20, 30$ 及び 40% におけるレーザ照射材の結晶粒径はそれぞれ 19, 16, 12 及び 10 μ m であった。Fig. 4 に予ひずみが $\epsilon=30\%$ 及び $f_d=60$ mm における各レーザ移動速度で照射したときの断面ミクロ組織より得られた表面下 0.6 mm までの結晶粒径を示す。移動速度が $v=350$ 及び 400 mm/min のときを除いて表面下 0.6 mm まではほぼ均一な結晶粒径である。移動速度 $v=350$ mm/min のときに最小値を示し、移動速度 $v=400$ mm/min では $v=350$ mm/min の場合よりも少し大きい値を示している。また、 $v=450$ mm/min では、母材の結晶粒径とほぼ同じ値を示している。 $v=250$ mm/min の場合は母材の結晶粒径よりも大きく、結晶粒の成長が見られる。また、焦点外し距離 $f_d=50$ mm では $v=500$ mm/min のとき予ひずみ $\epsilon=30\%$ 以上において、焦点外し距離 $f_d=70$ mm では $v=300$ mm/min 及び予ひずみが $\epsilon=40\%$ のときに微細な結晶粒が得られた。

次に、EBSD を用いて、溶体化処理材及びレーザ照射材（予ひずみ $\epsilon=40\%$ 、焦点外し距離 $f_d=60$ mm 及び移動速度 $v=350$ mm/min）において、表面から 0.1 mm 付近の結晶粒径を測定した。Fig. 5 に EBSD により得られた結晶粒径とミクロ組織から切片法で求めた結晶粒径を比較した結果を示す。両者の間には直線関係が認められ、結晶粒径は EBSD の場合に比べ切片法の方が大きいものの、2 割程度の差であるため、ここでは切片法を用いて結晶粒径を求めた。

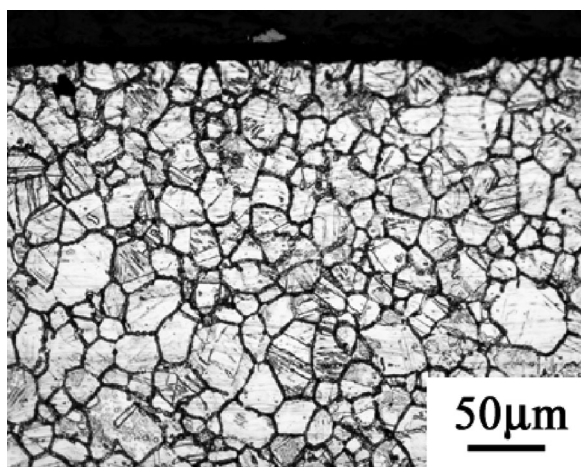
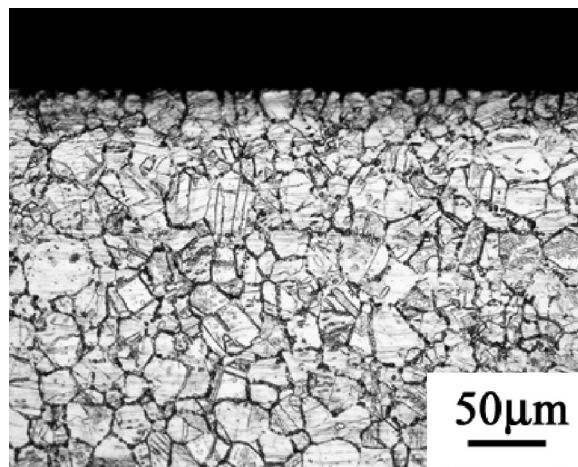
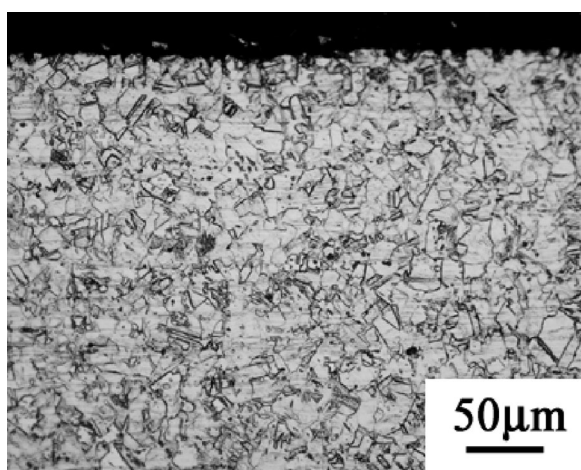
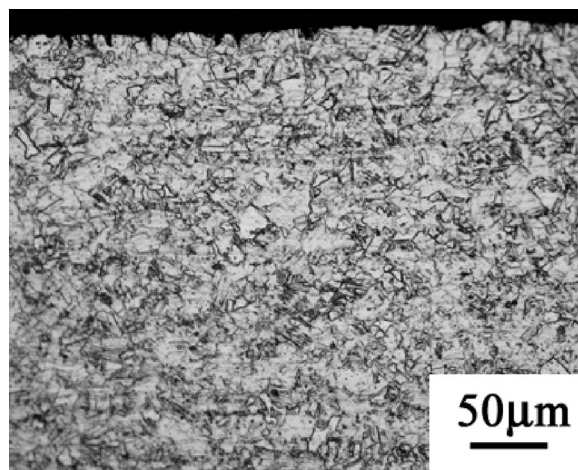
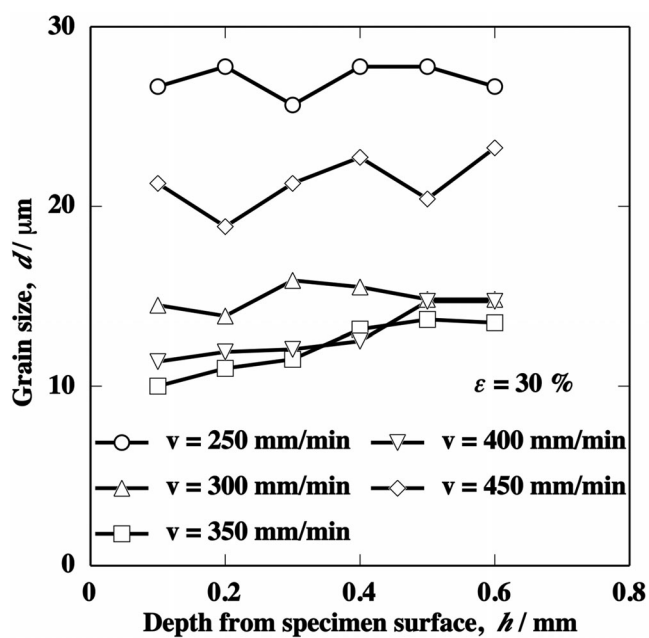
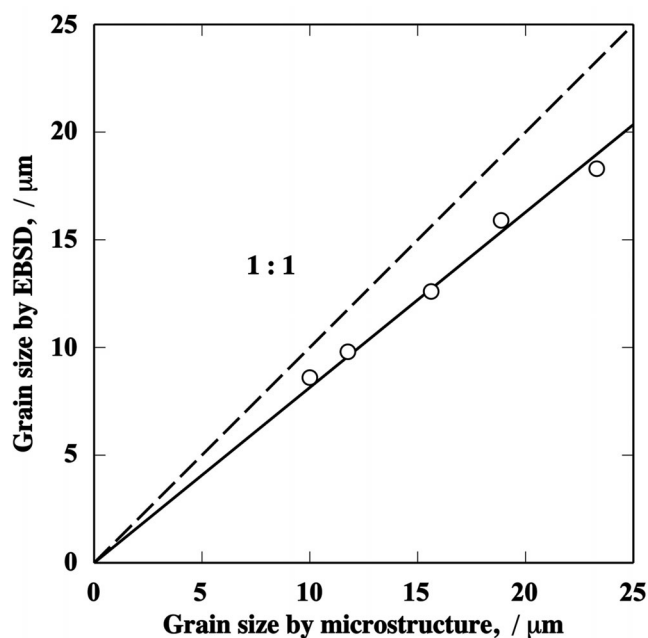
(a) $\varepsilon=10\%$ (b) $\varepsilon=20\%$ (c) $\varepsilon=30\%$ (d) $\varepsilon=40\%$ Fig. 3 Microstructures of SUS304 after laser irradiation ($f/d=60\text{mm}$, $v=350\text{mm/min}$)Fig. 4 Relation between grain size obtained using the section method and depth from specimen surface ($\varepsilon=30\%$, $f/d=60\text{mm}$)

Fig. 5 Comparison with grain size obtained using EBSD and that obtained using the section method

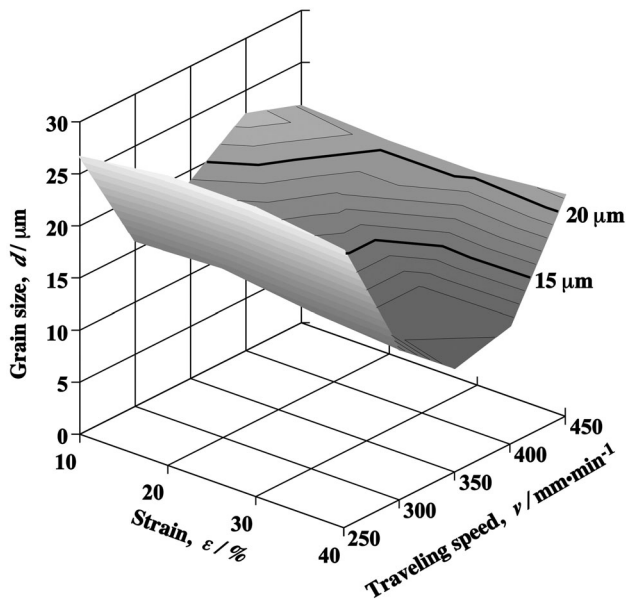


Fig. 6 Effects of traveling speed of the laser torch and strain on grain size (initial grain size= $23\mu\text{m}$, $f_d=60\text{mm}$)

(2) 微細化効果に及ぼすレーザ移動速度及び予ひずみの影響

Fig. 6 に $f_d=60\text{mm}$ でレーザ照射を行った場合の結晶粒径に及ぼすレーザ移動速度及び予ひずみの影響を示す。結晶粒はレーザ移動速度 $v=350\text{mm/min}$ のとき最も微細化され、次に、 $v=300$ 及び 400mm/min のときに微細であることがわかる。また、移動速度 $v=300, 350$ 及び 400mm/min では、予ひずみが大きいほど微細化は進行する傾向が認められ、移動速度 $v=250$ 及び 450mm/min では、結晶粒径に及ぼす予ひずみの影響はあまり見られない。

これは、移動速度 $v=250\text{mm/min}$ では、再結晶粒の成長が生じており、予ひずみによる粒径の差が生じなかったと思われる。また、移動速度 $v=450\text{mm/min}$ では投入熱量が過小なため、いずれの予ひずみにおいても再結晶が生じるに必要な投入熱量に達しなかったと思われる。 $f_d=50\text{mm}$ の場合にも同様な傾向が認められ、移動速度が大き過ぎると再結晶を生じるために必要な投入熱量が不足し、再結晶は生じない。再結晶が生じる場合の移動速度では、移動速度が遅いほど、投入熱量が非常に大きくなるため、照射部は高温になり再結晶粒の成長が進むと考えられる。また、予ひずみが大きいほど潜伏期が短く核生成頻度が大きいため、再結晶粒の成長が遅くなる。

Fig. 7 に予ひずみ $\varepsilon=40\%$ の試料に対して各々の焦点外し距離でレーザ照射後の結晶粒径とレーザ移動速度との関係を示す。図中の破線は測定領域において再結晶粒と未再結晶粒の混在状態であることを示している。焦点外し距離が増大するほど微細化効果が認められるレーザ移動速度は小さくなっている。焦点外し距離 $f_d=50, 60$ 及び 70mm において結晶粒が最も微細化するレーザ移動速度はそれぞれ

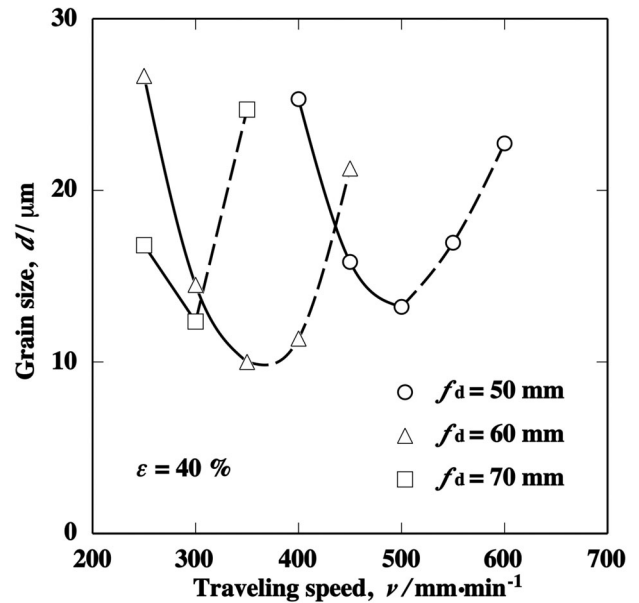


Fig. 7 Effects of traveling speed of the laser torch and defocus distance on grain size ($\varepsilon=40\%$)

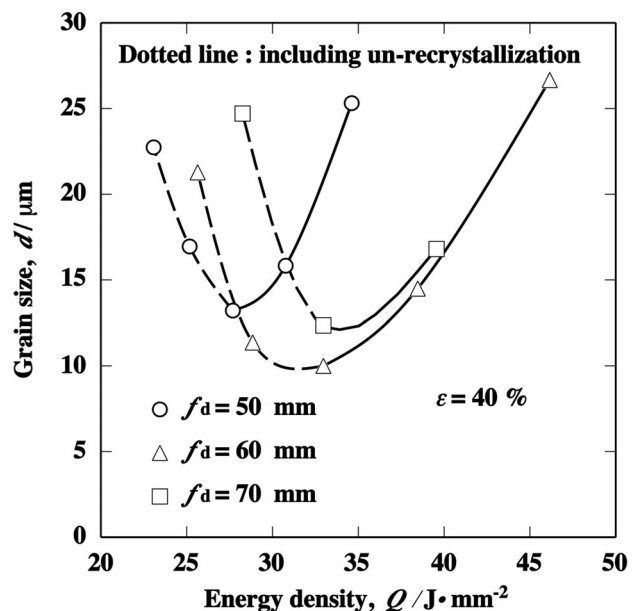


Fig. 8 Relation between energy density and grain size ($\varepsilon=40\%$)

$v=500, 350$ 及び 300mm/min であり、このときの結晶粒径は、それぞれ $13, 10$ 及び $12\mu\text{m}$ である。このことよりレーザ照射による微細化条件は、焦点外し距離及びレーザ移動速度に依存する。結晶粒が最も微細化している焦点外し距離 f_d とレーザ移動速度 v の関係は $50 < f_d < 70\text{mm}$ のとき、式 (1) の近似曲線で表される。

$$v = 0.25f_d^2 - 40f_d + 1875 \quad (1)$$

Fig. 8 にエネルギー密度と結晶粒径との関係を示す。ただし、エネルギー密度 Q (J/mm^2) は熱効率を 100% として式 (2) より求めた。

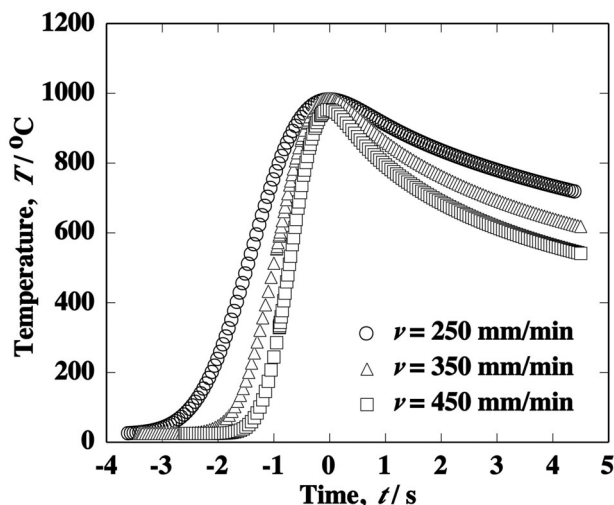


Fig. 9 Temperature-time curves on the specimen surface by calculation

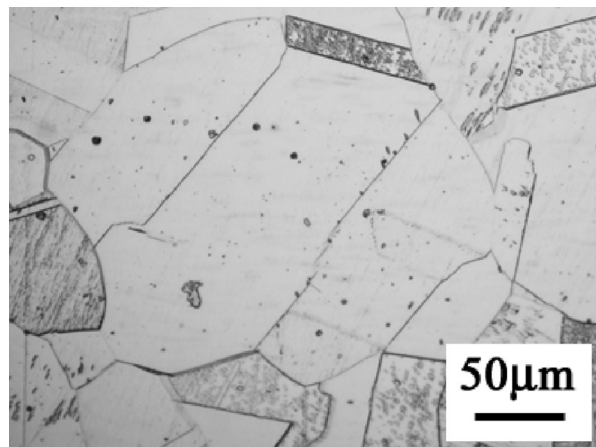
$$Q = P / (v \cdot \phi) \quad (2)$$

ここで P は平均出力 (1500 W), v は移動速度 (mm/s) として ϕ はビーム径 (mm) である. また, ϕ は, 実測して求めた焦点外し距離 fd との関係式 (3) より求めた.

$$\phi = 0.13fd \quad (3)$$

図中の破線は測定領域において再結晶粒と未再結晶粒の混在状態であることを示している. 最も微細な結晶粒が得られるエネルギー密度が存在し, これに達するまでは未再結晶粒が混在する. さらに, このエネルギー密度以上の熱量を投入すると, 再結晶粒が成長する. また, 最も微細な結晶粒が得られるエネルギー密度は $fd=60$ 及び 70 mm では 33 J/mm^2 であり, $fd=50$ mm では 28 J/mm^2 である. このエネルギー密度に差異が生じた原因として, $fd=50$ mm に比べて焦点外し距離が大きい $fd=60$ 及び 70 mm では, 投入されたエネルギーの一部が大気中に, 放射熱として失われ, 熱効率が低下したと思われる.

そこで, $fd=60$ mm (エネルギー密度: 33 J/mm^2) における試料表面の熱サイクルを計算した. 計算には SUS304 の物性値として, 密度: $7.8 \times 10^{-6} \text{ kg/mm}^3$, 比熱: $460 \text{ J/kg} \cdot ^\circ\text{C}$ 及び熱伝導率: $40 \times 10^{-3} \text{ J/mm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ を用いた. Fig. 9 にレーザー移動速度 $v=250, 350$ 及び 450 mm/min として得られた結果を示す. 移動速度が遅いほど温度は緩やかに上昇し, 緩やかに温度降下していることがわかる. また, 最高到達温度は $v=250$ 及び 350 mm/min の場合には 980°C であり, そして, $v=450 \text{ mm/min}$ の場合には 950°C であった. SUS304 の再結晶温度 400°C 以上において, 直線的に温度上昇が見られる $400 \sim 900^\circ\text{C}$ の範囲の平均温度 750°C における加熱速度及び冷却速度を求めた. レーザ移動速度 $v=250, 350$ 及び 450 mm/min では加熱速度は $439, 625$ 及び 791°C/s であり, 冷却速度は $51, 91$ 及び 135°C/s である. よって, $fd=60$ mm (エネルギー密度: 33 J/mm^2) における最も微細化が生じるレーザー移動速度は $v=350 \text{ mm/min}$ であったため, 本研究範囲内における最適な加熱速度及び冷却速度はそれぞれ 625 及

Fig. 10 Microstructure of SUS304 after solution treatment (1000°C x 120min)

び 91°C/s であることがわかった.

3.1.2 初期結晶粒径 $68 \mu\text{m}$ の溶体化処理材に対する検討

Fig. 10 に $1000^\circ\text{C} \times 120 \text{ min}$ で溶体化処理し結晶粒を粗大化させた試料断面のミクロ組織を示すが, この平均結晶粒径は $68 \mu\text{m}$ であり, 3.1.1 の平均結晶粒径の約 3 倍になっている.

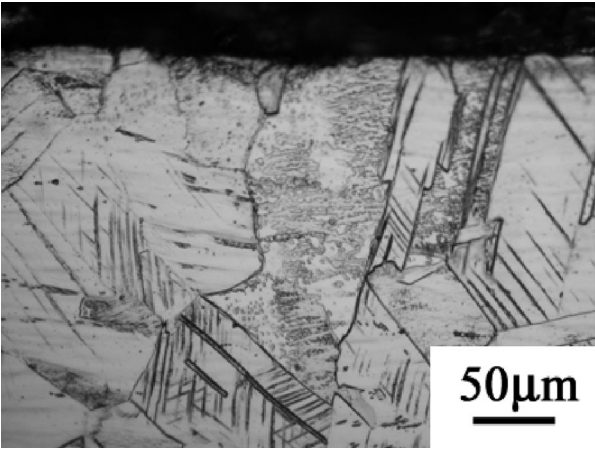
Fig. 11 に予ひずみを与えた試料表面に対して焦点外し距離 $fd=60$ mm, レーザ移動速度 $v=350 \text{ mm/min}$ でレーザー照射した場合の試料断面のミクロ組織を示す. 予ひずみが $\varepsilon \approx 30\%$ 以上で非常に微細な結晶粒が認められ, 初期結晶粒が粗大な試料に対しても十分に微細化が可能であることが分かった.

Fig. 12 に $fd=60$ mm でレーザー照射を行った試料表面から 0.1 mm の位置において切片法により測定した結晶粒径に及ぼすレーザー移動速度及び予ひずみの影響を示す. 最も微細化効果が得られたのは, 予ひずみ $\varepsilon=40\%$, レーザ移動速度 $v=350 \text{ mm/min}$ の場合で, 約 $15 \mu\text{m}$ の結晶粒が得られた.

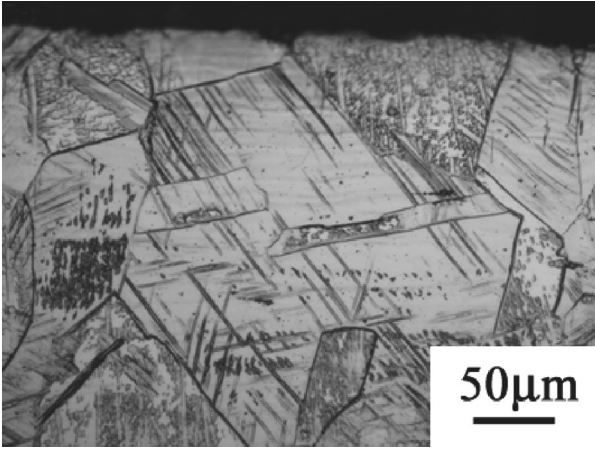
3.2 溶接材に対する検討

Fig. 13 にエレクトロガスアーク溶接熱影響部のミクロ組織を示す. 熱影響部の結晶粒径は $40 \mu\text{m}$ であった.

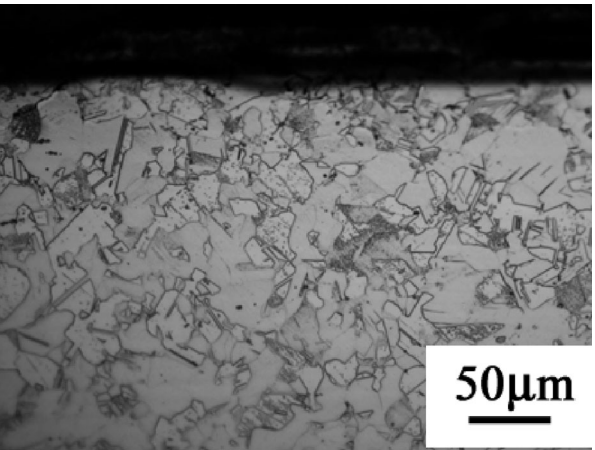
Fig. 14 に焦点外し距離 $fd=50$ mm, レーザ移動速度 $v=200, 300, 400$ 及び 500 mm/min でレーザー照射を行ったときの試料断面のミクロ組織を示す. いずれの移動速度においても表面近傍では結晶粒の微細化が認められる. Fig. 15 にボンドから 0.01 mm の位置におけるレーザー照射中央部の試料表面から板厚方向に 0.05 mm 間隔で深さ 0.25 mm までの範囲内において, 結晶粒径の測定を行った結果を示す. 熱影響部に対して, レーザ照射を行うことにより表面下 0.1 mm では, 粒径 $23 \mu\text{m}$ 以下であり, 照射前と比較して $1/2$ の微細な結晶粒が得られた. また, レーザ移動速度 $v=400$ 及び 500 mm/min で結晶粒径が約 $10 \mu\text{m}$ と最も微細化している. 溶体化処理材の結果から求めた式 (1) より, $fd=50 \text{ mm}$ の場



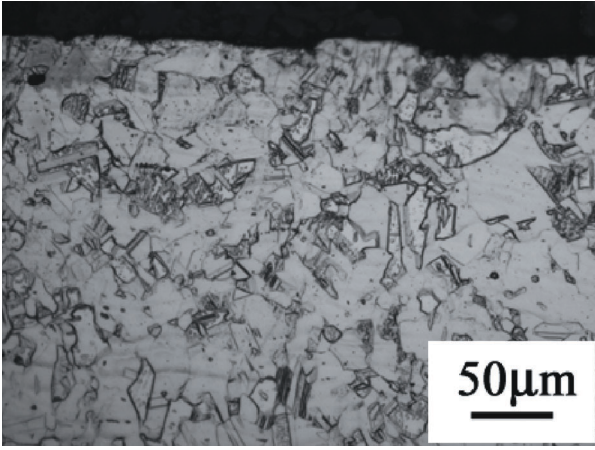
(a) $\varepsilon=10\%$



(b) $\varepsilon=20\%$



(c) $\varepsilon=30\%$



(d) $\varepsilon=40\%$

Fig. 11 Microstructures after laser irradiation ($f d=60\text{mm}$, $v=350\text{mm/min}$)

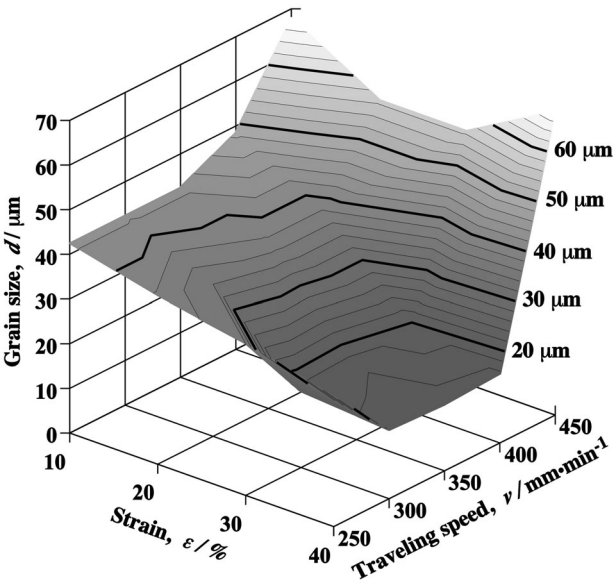


Fig. 12 Effects of traveling speed of the laser torch and strain on grain size (initial grain size= $68\text{ }\mu\text{m}$, $f d=60\text{mm}$)

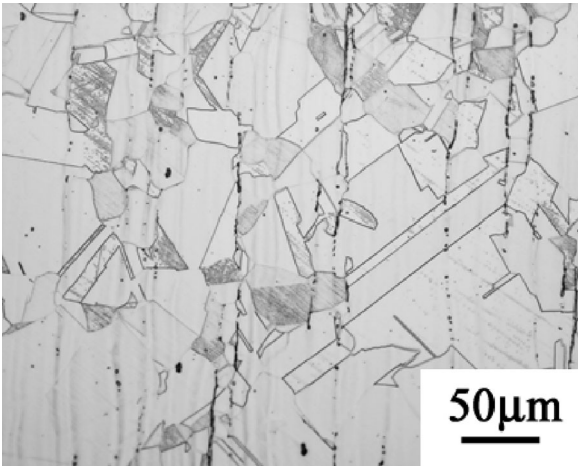
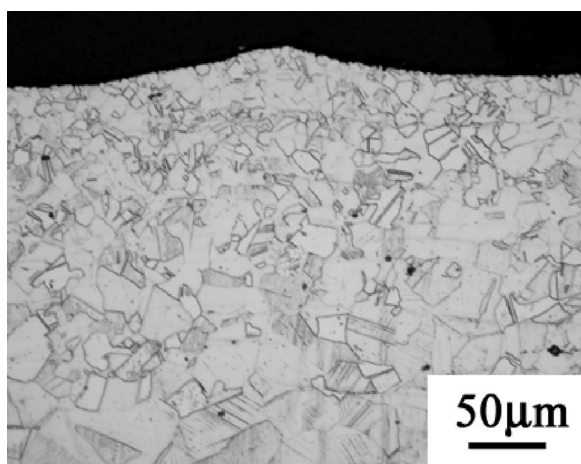
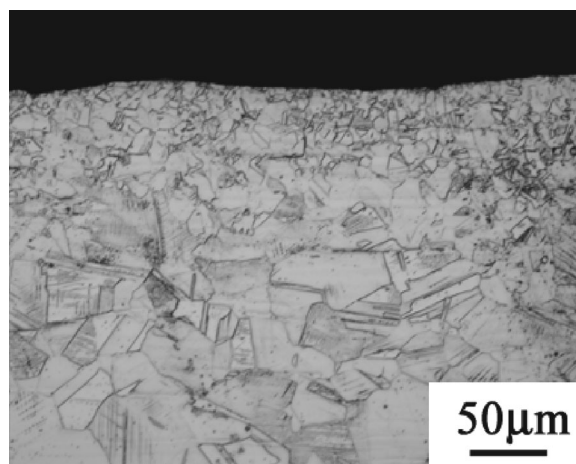
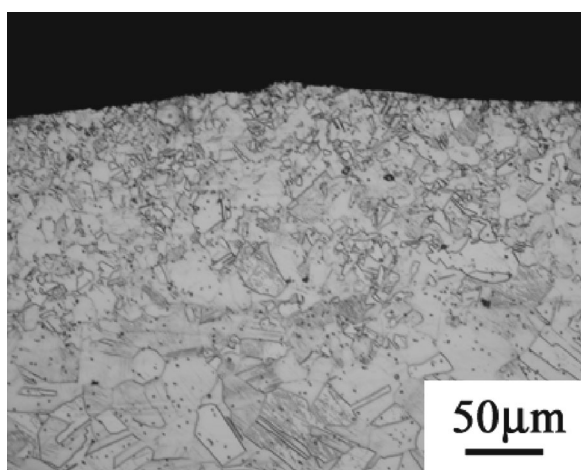
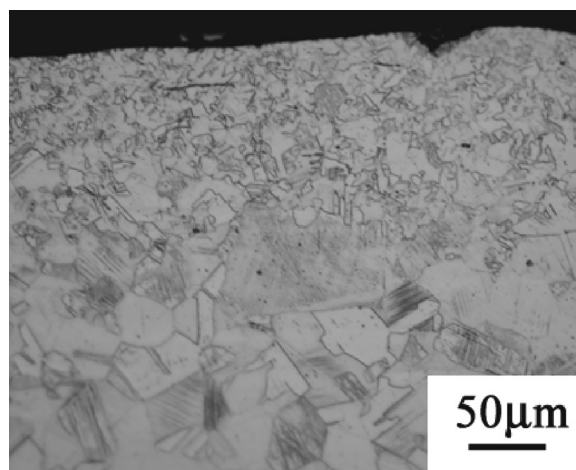
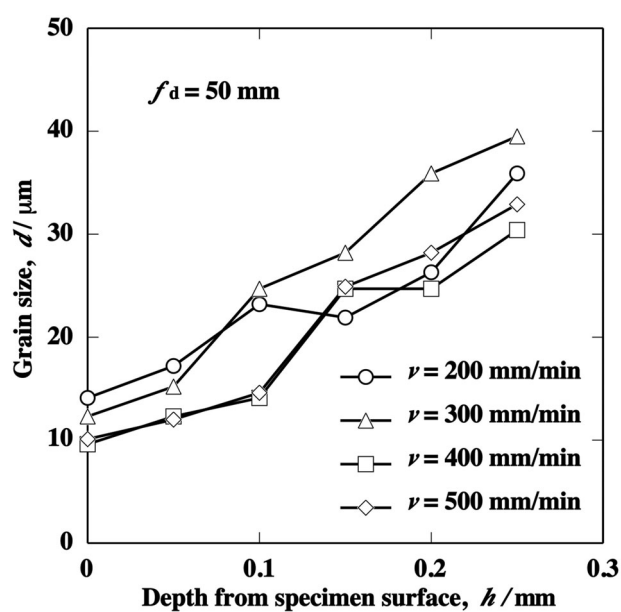
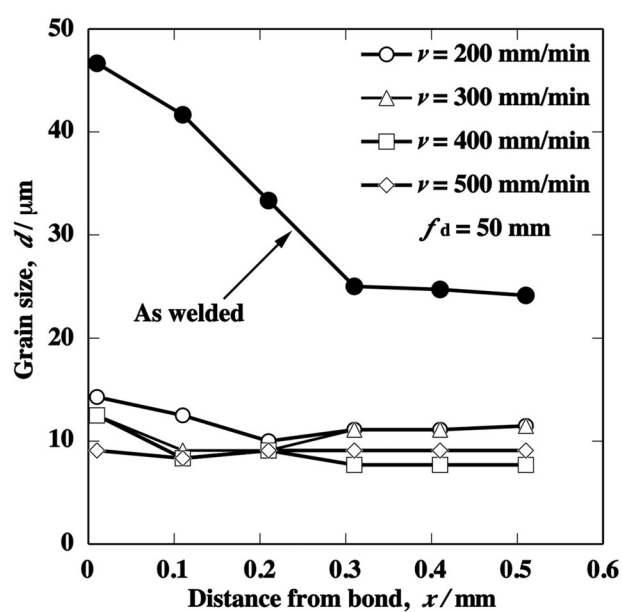


Fig. 13 Microstructure of heat affected zone of electro-gas arc weld

(a) $v = 200$ mm/min(b) $v = 300$ mm/min(c) $v = 400$ mm/min(d) $v = 500$ mm/minFig. 14 Microstructures of heat affected zone after shot peening and laser irradiation ($f_d=50$ mm)Fig. 15 Grain size of the thickness direction from the surface of heat affected zone of the electro-gas weld after shot peening and laser irradiation ($f_d=50$ mm)Fig. 16 Grain size under 0.1mm from specimen surface at distance from the bond in the heat affected zone of the electro-gas weld after shot peening and laser irradiation ($f_d=50$ mm)

合の最適なレーザ移動速度求めると 500 mm/min が得られ、上述の実験結果と一致した。また、Fig. 16 に表面下 0.1 mm の位置においてボンド部から熱影響部の方向へ 0.1 mm 間隔で 0.5 mm までの結晶粒径を測定した結果を示す。板幅方向では、溶接ままの熱影響部の結晶粒径はボンド部から離れたとともに小さくなり、0.5 mm の位置では $25\mu\text{m}$ であった。これに、レーザ照射を行うことによりボンド部から 0.5 mm において、10 から $15\mu\text{m}$ の微細な結晶粒が得られた。

4. 結 論

固相変態を有しないオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に予め種々の引張りずみを付与し、その後 YAG レーザ（出力：1.5 kW）照射を行って結晶粒の微細化効果について、検討した。また、エレクトロガスアーク溶接熱影響部に対する効果について検証を行った。

- (1) SUS304 鋼において、予ひずみを付加した後、YAG レーザ照射を行うことにより微細な再結晶粒が得られた。結晶粒の大きさは、予ひずみ、レーザ移動速度及び焦点外し距離のそれぞれの因子が関係していることがわかった。
- (2) 初期結晶粒径が $23\mu\text{m}$ の溶体化処理材に対して、予ひずみ $\varepsilon=40\%$ 、焦点外し距離 $f_d=60\text{ mm}$ 及びレーザ移動速度 $v=350\text{ mm/min}$ の条件で YAG レーザ照射を行うと、表面において約 $10\mu\text{m}$ の微細な結晶粒が得られた。また、初期結晶粒径が $68\mu\text{m}$ の粗大な SUS304 鋼に対しても、最適なレーザ照射条件は同じであり、約 $15\mu\text{m}$ の結晶粒が得られた。

- (3) YAG レーザの照射条件について加熱速度及び冷却速度を計算により求めたところ、最も微細な結晶粒が得られる条件は、平均の加熱速度は 625°C/s 及び平均の冷却速度は 91°C/s である。
- (4) エレクトロガスアーク溶接熱影響部の初期結晶粒径は 40 から $25\mu\text{m}$ であったが、ショットピーニングを施した後に、レーザ照射を行うことにより、表面下 0.1 mm の範囲及びボンド部から 0.5 mm までの領域において 10 から $15\mu\text{m}$ の微細な結晶粒が得られることが分かった。

謝 辞

エレクトロガスアーク溶接材は（株）高田工業所より提供頂きました。ここに記し謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 栗飯原周二：鉄系スーパーメタルプロジェクトの研究開発（終了報告），The Japan Research and Development Center for Metals NEWS, No191 (2002), 2-5.
- 2) 玉生良孝，緒方俊夫：特集 3 微細結晶粒金属材料の研究開発動向，Science & Technology Trends 7 月号，(2002).
- 3) ZHAO Fang, YAMAGUCHI Tomiko, IKEDA Hideyuki, KATOH Mitsuaki and NISHIO Kazumasa：Monte Carlo simulation of grain refinement of ultra low carbon steel by cyclic laser irradiation, Quarterly Journal of The Japan Welding Society, 27-1 (2009), 89-95. (in Japanese)
- 4) ZHAO Fang, YAMAGUCHI Tomiko, IKEDA Hideyuki and NISHIO Kazumasa: Monte Carlo simulation of $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation during continuous cooling, Journal of the Japan Institute of Metals, 73-7 (2009), 495-501. (in Japanese)