

フェムト秒レーザー駆動衝撃波を繰り返し負荷した鉄中に形成される高密度転位組織

松田 朋己*, 佐野 智一**,**, 塚田 貴大*
荒河 一渡**,**, 廣瀬 明夫*

*大阪大学 大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

** JST CREST (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

*** 島根大学総合理工学部物質科学科 (〒690-8504 島根県松江市西川津町 1060)

High Dense Dislocation Structure Formed in Repetitive Femtosecond Laser-driven Shock-loaded Iron

MATSUDA Tomoki, SANO Tomokazu, TSUKADA Takahiro,
ARAKAWA Kazuto and HIROSE Akio

(Received August 22, 2014)

We investigated the formation process of dislocation structure in iron which had undergone repetitive shock loadings driven by femtosecond laser pulses. Hardness test using nanoindentation showed an increase in hardness within 3.1 μm of the surface and that maximum hardness reached 2.2 times harder than that of matrix. Crystal orientation analysis and transmission electron microscopy showed that microbands with high density of dislocations were formed within 3.0 μm of the surface, which corresponded to the hardened region. These results indicated that the main factor of surface hardening was due to the formation of high dense dislocation structure induced by superposition of femtosecond laser-driven shock loadings. We suggested that the formation of local dislocation pile-ups accompanying repetitive shock loadings induced the difference in dislocation mobility within the shock affected region, and that the difference promoted the dislocation pile-ups, which lead to the formation of microbands.

Key words : Femtosecond laser, Repetitive shock loading, Iron, Dislocation structure

1. 緒 言

フェムト秒レーザーは材料に及ぼす熱影響が極めて小さいため、マイクロマシニングや穴あけ、切断などのアブレーション加工に用いられる^{1)~3)}。レーザー強度が大きくなると、アブレーション時のプラズマ膨張の反作用として衝撃波が駆動され、固体内を伝播する⁴⁾。このフェムト秒レーザー駆動衝撃波は、数 10-100 ps の極短時間において^{5)~7)}、数 10 GPa を超える圧力を材料に負荷する^{6)~8)}。そのため、フェムト秒レーザーを用いた材料加工では、レーザーと材料の相互作用だけでなく、レーザーによって駆動される衝撃波と材料との相互作用、特に応力の増大に伴って生じる材料の塑性変形を考慮する必要がある。

金属材料の塑性変形に伴い、材料内部に格子欠陥、例えば転位が導入され、それらは材料の強度や疲労寿命といった力学特性に影響を及ぼす。レーザーピーニングなど、衝撃波を用いた加工において、材料に対して衝撃波が二次元的に繰り返し負荷されることにより、材料特性を向上させるために十分な塑性変形が引き起こされる^{9)~12)}。ここで単一の衝撃負荷に伴う変形では、その高いひずみ速度に起因して、静的変形に比べより高密度な転位が導入される^{13)~20)}。

しかし高強度ナノ秒レーザー照射や、飛翔体の衝突により駆動される従来の衝撃波では、圧縮時のエントロピー増加のため温度が上昇し、その高温状態が保持されることで転位が回復する^{21), 22)}。さらに、その繰り返し衝撃負荷の過程においては、衝撃負荷によりいったん導入された転位は、続く衝撃負荷時の温度上昇により減少する。

一方、フェムト秒レーザー照射による熱影響領域は表層から数 100 nm である^{23), 24)}。また、駆動される衝撃波のパルス幅が短いため、衝撃波が存在する厚みは数 100 nm となる⁷⁾。そのため、衝撃負荷時に発生する熱は周辺領域に拡散し、衝撃波背後の領域は急冷される。したがって、フェムト秒レーザーを用いた場合、高温状態は維持されにくく^{25)~28)}、単一の衝撃負荷によって導入される転位は、繰り返し衝撃負荷の過程において減少しにくい。

レーザーパルスの繰り返し照射は、アブレーション除去加工やナノ周期構造の形成²⁹⁾、レーザーピーニングのような衝撃加工^{25), 30)}、また金属材料だけでなく透明材料の三次元ナノ加工³¹⁾など多岐にわたり用いられる。このような材料加工においては、マクロに形成される材料外部の構造だけでなく、その内部に形成されるナノ構造や格子欠陥などの微細組織が材料特性の向上のために重要となる。すなわち、

レーザーパルスの繰り返し照射後の微細組織の形成過程が明らかになれば、優れた特性を得るための材料設計が可能になることが期待される。しかしながら、これまでフェムト秒レーザーアブレーション加工において、レーザーパルスを繰り返し照射した後の微細組織および力学特性の変化は明らかになっていない。繰り返し衝撃負荷を受けた金属材料の微細組織は、単一の衝撃負荷によって導入される転位が、繰り返しの過程で衝撃波の影響を受ける、あるいは転位同士の相互作用が生じた結果形成される。したがって、レーザーパルス繰り返し照射後、最終的に得られる微細組織および材料特性を理解するためには、レーザーパルスの単一照射および繰り返し照射時の微細組織の進展過程を明確にする必要がある。

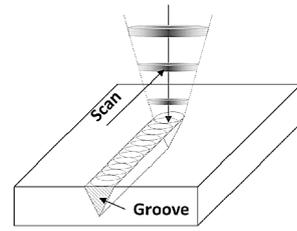
本研究の目的は、フェムト秒レーザー照射により繰り返し衝撃負荷を与え、形成される転位組織の形成過程を明らかにすることである。本研究では、金属材料に衝撃波を繰り返し負荷するために鉄に対して溝加工を施した。鉄は産業において最も用いられる材料の一つであるとともに、体心立方格子構造を有する代表的な金属である。つぎに、被加工材の深さ方向に対する硬さ分布を調べた。さらに、加工部断面の結晶方位解析および微細組織観察を行い、転位組織が硬さ特性に及ぼす影響について考察した。最後に、単一レーザーパルス照射後の微細組織と繰り返し照射後の微細組織を比較することにより、繰り返し衝撃負荷時の微細組織の形成過程について検討を行った。

2. 実験方法

供試材料として鉄(純度 99.99%)を用いた。真空雰囲気下 (10^{-3} Pa), 1,123 K において 1 h の焼鈍処理を施し、初期ひずみを除去し結晶粒を粗大化した。熱処理後の結晶粒径は 140 μm であった。鏡面研磨後の試料表面に対して、フェムト秒レーザー (Spitfire, Spectra-Physics Inc.) パルスを空气中、室温下において、焦点距離 70 mm の平凸レンズを用いて集光照射し溝加工を施した (Fig. 1(a))。レーザーの波長は 800 nm, パルス幅は 130 fs, スポット径は 70 μm , レーザ強度は 1.5×10^{14} W/cm² であり、パルスの照射間隔を 1.75 $\mu\text{m}/\text{pulse}$ および 10 $\mu\text{m}/\text{pulse}$ としてレーザー照射を行った。

レーザー照射後の試料の断面に対して、ナノインデンテーション法による超微小押し込み硬さ試験 (ENT-1,100a; ELIONIX) を行った (Fig. 1(b))。試験において、最大印加荷重は 1 mN, 試験時間は負荷, 保持, 除荷過程のそれぞれにおいて 10 s, 1 s, 10 s である。同様に、レーザー照射後の試料断面に対して、電子線後方散乱回折法 (EBSD: Electron Backscatter diffraction, TSL Inc.) および透過電子顕微鏡法 (TEM: Transmission Electron Microscopy, JEM-2010, JEOL Co.) を用いて結晶方位解析および微細組織観察を行った。クロスセクションポリリッシャ (SM-09010, JEOL Co.) を用いて、アルゴンイオンでスパッタエッチングを行い、試料表層のひずみを除去することで EBSD 測定用試料を作製した。EBSD 測定では、測定間隔を 300 nm とした。解析では、逆極点図 (IPF: Inverse Pole Figure)

(a) Irradiation of femtosecond laser pulses.



(b) Analyses of cross section of specimen.

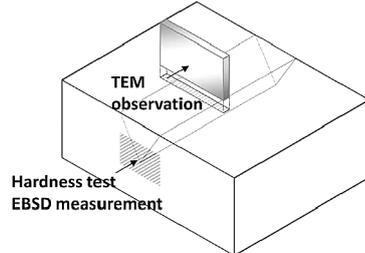


Fig. 1 Schematic illustration of experimental procedure. (a) Irradiation of femtosecond laser pulses was performed on the mirror finished iron. (b) Hardness and microstructure of cross section of the repetitive shock-loaded iron were analyzed using hardness test using nanoindentation, EBSD measurement, and TEM observation.

マッピングおよび次式で定義される局所方位差 (KAM: Kernel Average Misorientation) を用いて、結晶方位を評価した。

$$\text{KAM} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \alpha_{i,j} \quad (1)$$

ここで $\alpha_{i,j}$ は測定点 i と j 間の結晶方位差を表し、測定点 i と周囲の測定点 j との方位差の平均値である。KAM は、測定点周囲の方位差を表わすパラメータである。微細組織内に転位が存在する場合、その周囲において方位差が生じる³²⁾。従って、KAM 分布は転位分布に対応する³³⁾。集束イオンビーム (FB-2000, Hitachi High-Tech. Co.) (Ga^+ , 30 kV) を用い、レーザー照射によって形成した溝を法線方向とする断面を 100 nm の厚さに薄片化することで TEM 観察用試料を作製した。加速電圧 200 kV において TEM 観察を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 硬さ測定

硬さ試験後の SEM 観察結果を Fig. 2(a) に示す。また比較のため同様のレーザー強度において、レーザーパルスの照射間隔を 10 $\mu\text{m}/\text{pulse}$ として、レーザー照射を行った試料に対して硬さ試験を行った。硬さ試験後の SEM 観察結果を Fig. 2(b) に示す。いずれの条件においても、測定領域の下部と比べて、上部の圧痕径が小さくなっているため、表層付近で硬化していることがわかった。フェムト秒レーザーパルスの照射密度と硬化深さの関係を明らかにするため、各々の照射密度条件において、深さに対する硬度分布を求めた。その結果を Fig. 2(c) に示す。ここで母材硬さは測

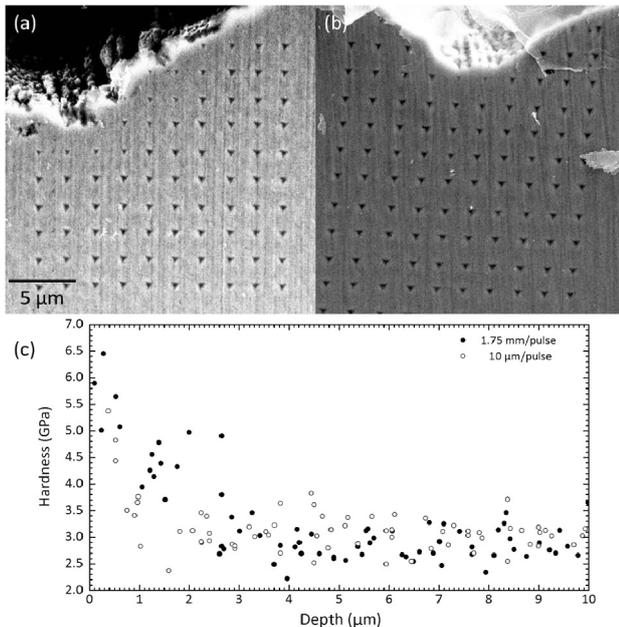


Fig. 2 Results of nanoindentation hardness measurements of femtosecond laser irradiated iron. Cross-sectional SEM images of iron after femtosecond laser irradiation at (a) 1.5×10^{14} W/cm², 1.75 μm/pulse, (b) 1.5×10^{14} W/cm², 10 μm/pulse, and (c) hardness dependences on depth.

定点のうち硬さの変化が認められなかった下部 20 点の平均としており、高照射密度 (1.75 μm/pulse)、低照射密度 (10 μm/pulse) 条件における母材硬さは、それぞれ 3.0, 3.2 GPa であった。また、深さを各測定点とその垂直方向の溝表面との距離と定義した。低照射密度条件では、表層から 1.1 μm の深さから表層に向かって硬さが上昇し、0.38 μm において最高硬さは 5.4 GPa をとり、これは母材に対して 1.7 倍の硬化率である。一方、高照射密度条件では、表層から 3.1 μm の深さから表層に向かって硬さが上昇し、0.28 μm において最高硬さは 6.5 GPa をとり、母材に対して 2.2 倍の硬化率となった。

以上の結果から、フェムト秒レーザーパルス繰り返し照射後の鉄の表層が硬化することがわかった。また、照射密度が硬化度および硬化深さに影響を及ぼすことがわかった。この要因として、各条件において繰り返し衝撃負荷に伴い形成される微細組織に違いが生じたためと考えられる。そこで硬化に及ぼす金属組織学的な因子を明らかにするため、より大きな硬化挙動が認められた高照射密度条件に対する金属組織解析を行った。

3.2 結晶方位解析

Fig. 3(a) に、1.75 μm/pulse の照射間隔におけるレーザー照射後の EBSD 測定において取得した IPF マップを示す。IPF マップはレーザー照射方向に対して垂直方向の結晶方位について求めた。図の深部に対して、表層部近傍において面方位が変化している。一般に塑性変形において、作用する力の方向に依存して結晶方位は変化する。このため深部の領域はレーザーの影響が及んでいない母材であるのに対して、表層部近傍はレーザー照射によって塑性変形した領域で

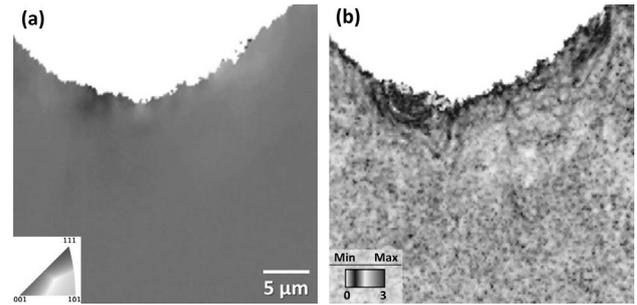


Fig. 3 EBSD analysis after femtosecond laser irradiation. (a) In-vers pole figure mapping. (b) Kernel average misorientation map-ping.

あると考えられる。

Fig. 3(b) に KAM マップを示す。図では KAM の値を 0 から 3 の範囲においてマッピングを行っている。図において、試料深部は白色となっていることから KAM は低い値であるのに対して、IPF マップと同様に試料表層に向かって KAM は上昇している。このため表層に向かうにつれて転位密度は増加していると考えられる。KAM は特に表層近傍において高い値となっており、その深さは 3.5 μm であった。この値は硬化領域におおむね一致する。したがって、表層近傍における硬化は転位密度の増加に起因することが示唆される。さらに、その領域では高い KAM が部分的に分布している。このため、硬化した領域では転位は均一に存在せず、部分的に集積した構造として存在することが示唆される。

3.3 微細組織観察

TEM 観察により得られた試料の断面像において、表層部 (~1 μm)、中層部 (~3 μm)、深部 (~9 μm) の異なる深さにおいて取得した明視野像を **Fig. 4(a)-(c)** にそれぞれ示す。観察では入射方位を [110] とし、200 反射を励起することで、試料内部に存在する転位に対して、観察において結像される転位の比率を統一した。表層から 3 μm を境界として上部では約 200-500 nm の間隔で周期的なマイクロバンド構造を有する高密度な転位組織が形成されているのに対し (**Fig. 4(a)**)、その直下の中層部ではマイクロバンドは形成されず、多くの転位同士の交差が認められた (**Fig. 4(b)**)。さらに深部の領域では転位密度は低く、転位同士の交差は少ないことがわかった (**Fig. 4(c)**)。すなわち表層では高転位密度を有する転位の進展構造が形成されるのに対して、深部に向かって転位構造の進展度および転位密度が低下した。ここで転位を定量的に評価するため、Ham の式を用いて転位密度 ρ を算出した³⁴⁾。Ham の式は、観察像に対し任意に走査線を引き、その走査線と転位との交点数から転位密度を算出する手法であり、次式で表わされる。

$$\rho = \frac{2N}{Lt} \quad (2)$$

ここで、 N は走査線と転位との交点数、 L は走査線の全長、 t は薄片化試料厚さである。以上により算出した転位密度の深さ分布を **Fig. 4(d)** に示す。深部の転位密度は 10^{13} m^{-2} より低く、焼鈍を施した鉄と同等の値となった³⁵⁾。した

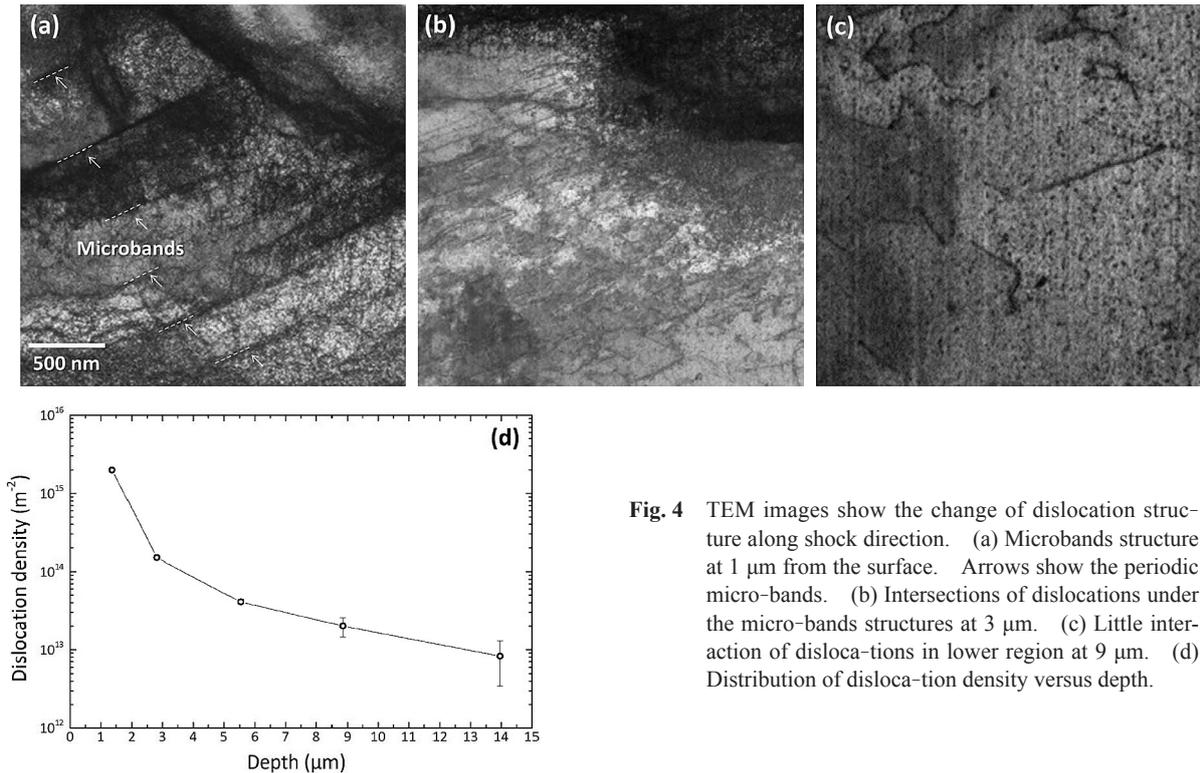


Fig. 4 TEM images show the change of dislocation structure along shock direction. (a) Microbands structure at 1 μm from the surface. Arrows show the periodic micro-bands. (b) Intersections of dislocations under the micro-bands structures at 3 μm. (c) Little interaction of dislocations in lower region at 9 μm. (d) Distribution of dislocation density versus depth.

がって、10 μm より下部の領域には衝撃波の影響は及んでいないと考えられる。深部に対して、転位密度は表層に向かって急峻に増加し、表層のマイクロバンド部において $1.9 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ に達した。この値は、強ひずみ加工した金属の転位密度に近しく³⁶⁾、極めて高い値である。

結晶方位解析および微細組織観察結果について、高KAM領域とマイクロバンド形成領域を比較すると、高KAM領域は3.5 μm、マイクロバンド形成領域は3.0 μmとなった。このため、EBSD測定において得られるマクロな高転位密度領域とTEMにおいて得られるミクロな高転位密度領域はよい一致を示す。さらに、硬化領域は3.1 μmであることから、上記の領域と一致する。以上の結果から、表層の硬化の要因はレーザー駆動衝撃波の繰り返し負荷に伴う転位密度の上昇、すなわち加工硬化であると考えられる。

つぎに、フェムト秒レーザー駆動衝撃波の繰り返し負荷時において、高転位密度を有するマイクロバンドが形成される過程について検討する。衝撃波はアブレーション時のプラズマ膨張の反作用として駆動される。繰り返し負荷過程では、レーザーパルス入射時のアブレーションにより表層部は除去される。すなわち、単一のレーザーパルス照射後の組織において、アブレーションによる除去深さにあたる領域は次のレーザーパルスにより除去されるため、それよりも下部の領域に対して衝撃波が及ぼす作用を考える必要がある。本研究と同様のレーザー強度条件における、レーザー1パルスあたりにアブレーションによって除去される深さを共焦点レーザー顕微鏡を用いて求めた結果、約3 μmであることがわかった。そこで、同レーザー強度においてフェムト秒レーザーを単一パルス照射し、衝撃波を単一負荷した鉄において、表層からアブレーション深さである3 μmよりも下

部の領域に対してTEM観察を行った結果をFig. 5(a)に示す。繰り返し負荷した鉄とは異なり、マイクロバンドなどの転位の進展構造はなく、転位が均一に存在することがわかった。この転位組織は、繰り返し負荷時の中層(Fig. 4(b))から深部(Fig. 4(c))の領域と同様に、均一性を保ちながら深さとともに密度が低下した。

繰り返し衝撃負荷によって形成された周期的なマイクロバンドに対する詳細なTEM観察結果をFig. 5(b)に示す。図の下方では、Fig. 4(b)よりも下部の領域と同様に均一に転位が存在した。それに対して、中央のマイクロバンド部では転位同士が絡み合い堆積することで高い転位密度を有している。同領域に対する回折パターンにおいて(Fig. 5(b)), 転位が堆積する方向とT12の向きが垂直であるため、これらの転位の堆積は、観察した範囲では(T12)のすべり面上において生じていることがわかった。一方、マイクロバンド直下の領域における転位構造(Fig. 4(b))は、マイクロバンドの形成に至る直前の構造であると考えられる。従って、当該領域は、繰り返し負荷過程において、マイクロバンドが形成される過程を予測するために重要である。そのマイクロバンド直下の転位構造では、転位は堆積していないが、転位同士が交差することで深部に対して高密度に転位が存在した。このため、転位の絡み合いがマイクロバンドの形成の起点になったと考えられる³⁷⁾。

ここで表層では、転位が均一に存在せずに周期的なマイクロバンドとして存在した要因について考える。多重衝撃負荷過程において繰り返し数が増加すると、繰り返しの塑性変形により転位密度は増加する。塑性変形時において転位は試料内を運動し、転位密度の増加に伴って転位同士が絡み合う頻度は上昇する。このため、局所的に転位が堆積

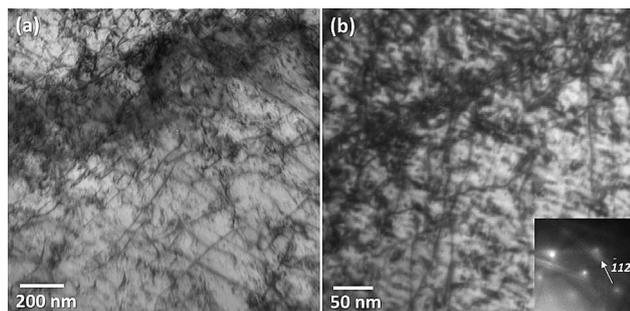


Fig. 5 (a) TEM image of single shocked iron at the laser intensity of 1.5×10^{14} W/cm² below 3 μ m from the surface showing that dislocations exist uniformly. (b) Magnified TEM image of micro-band in repetitive shock-loaded iron at the laser intensity of 1.5×10^{14} W/cm², the pulse interval of 1.75 μ m/pulse at 1 μ m from the surface showing pile-up of dislocations. The inset shows electron diffraction pattern of the selected area.

した構造が形成されると考えられる。さらに次の衝撃負荷に伴う塑性変形時において、転位はそれまでと同様に運動しようとするが、堆積部周囲の転位は互いに固着されているためその運動は阻害される。一方、非堆積部の転位は障害なく運動するため、堆積部にさらなる転位が集積する。以上の過程が繰り返されることによって堆積部における転位密度は増加し、高密度なマイクロバンドが周期的に形成されると考えられる。

マイクロバンド形成領域に関しては、フェムト秒レーザー駆動衝撃波では伝播に伴う圧力減衰が顕著であることが重要であると考えられる。すなわち、単一衝撃負荷後の組織内では深さに対して転位密度低下が急峻であるため、多重衝撃負荷過程において、深さによって転位間相互作用の頻度に明瞭な差異が生じる。このため、単一衝撃負荷において、ある閾値以上の圧力が作用する深さがマイクロバンド形成領域を決定づけると考えられる。さらに、レーザー強度の増加に伴って圧力が上昇するため、レーザー強度を変化させることにより、マイクロバンドの形成領域を制御することが可能であると考えられる。

以上の検討に基づき、フェムト秒レーザーによる繰り返し衝撃負荷時における転位組織の進展過程を以下に示す。まず、1回目の衝撃負荷では、転位は微細組織内に均一に導入されるため、局所的に高密度な転位を有する領域は存在しない。つぎに、2回目の衝撃負荷では、表層部はアブレーションによって除去されるが、除去される領域より下部に存在する一回目の衝撃負荷によって導入された転位と新たに導入される転位が相互作用する。このとき、深部に対して表層においてより高い圧力が負荷されるため、その衝撃波の作用は一層大きく、局所的な転位堆積が生じる。さらに、複数回の繰り返し負荷では、その局所的な転位堆積部において転位の運動が阻害されることにより転位が高密度に集積しマイクロバンドが形成され周期的な高密度転位分布となると考えられる。

4. 結 言

本研究では、フェムト秒レーザー駆動衝撃波を繰り返し負荷した鉄の微細組織の形成過程について検討を行った。溝加工後の鉄の断面に対する超微小押し込み硬さ試験の結果、鉄の表層が硬化することがわかった。また、レーザーパルスの照射密度が硬化深さおよび硬化率に影響を及ぼすことがわかった。EBSD法による結晶方位解析およびTEMによる微細組織観察の結果、表層約3.0 μ m以内の領域において高密度転位を有するマイクロバンドが存在し、その領域は硬化領域に一致することがわかった。したがって、表層硬化の要因はレーザー駆動衝撃波の繰り返し負荷に起因して、高密度な転位進展構造が形成されたためであると考えられた。さらに、衝撃波の繰り返し負荷に伴い局所的に転位堆積部が形成されることにより領域内において転位の易動度に差異が生じ、これが転位堆積を助長することによりマイクロバンドが形成されると考えられた。

謝 辞

本研究の一部は、科学研究費補助金・基盤研究(S) (No. 22224012)、および科学研究費補助金・基盤研究(C) (No. 21560759)の支援のもとに実施した。

参 考 文 献

- 1) Chichkov, B.N., Momma, C., Nolte, S., Alvensleben, F. von and Tünnermann, A. : Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids, *Appl. Phys. A* **63**-2, (1996), 109.
- 2) Nolte, S., Momma, C., Jacobs, H., Tünnermann, A., Chichkov, B.N., Wellegehausen, B. and Welling, H. : Ablation of metals by ultrashort laser pulses, *J. Opt. Soc. Am. B* **14**-10, (1997), 2716.
- 3) Gattass, R.R. and Mazur, E. : Femtosecond laser micromachining in transparent materials, *Nat. Photon.* **2**-4, (2008), 219.
- 4) Askar'yan, G.A. and Moroz, E.M. : Pressure on evaporation of matter in a radiation beam, *JETP* **16**-6, (1963), 1638.
- 5) McGrane, S.D., Moore, D.S., Funk, D.J. and Rabie, R.L. : Spectrally modified chirped pulse generation of sustained shock waves, *Appl. Phys. Lett.* **80**-21, (2002), 3919.
- 6) Cuq-Lelandais, J.P., Boustie, M., Berthe, L., Ressayguier, T. de, Combis, P., Colombier, J.P., Nivard, M. and Claverie, A. : Spallation generated by femtosecond laser driven shocks in thin metallic targets, *J. Phys. D* **42**-6, (2009), 065402.
- 7) Demaske, B.J., Zhakhovsky, V.V., Inogamov, N.A. and Oleynik, I.I. : Ultrashort shock waves in nickel induced by femtosecond laser pulses, *Phys. Rev. B* **87**-5, (2013), 054109.
- 8) Evans, R., Badger, A.D., Fallies, F., Mahdih, M., Hall, T.A., Audebert, P., Geindre, J.-P., Gauthier, J.-C., Mysyrowicz, A., Grillon, G. and Antonetti, A. : Time- and Space-Resolved Optical Probing of Femtosecond-Laser-Driven Shock Waves in Aluminum, *Phys. Rev. Lett.* **77**-16, (1996), 3359.
- 9) Fairand, B.P., Wilcox, B.A., Gallagher, W.J. and Williams, D.N. : Laser shock-induced microstructural and mechanical property changes in 7,075 aluminum, *J. Appl. Phys.* **43**-9, (1972), 3893.
- 10) Peyre, P. and Fabbro, R. : Laser shock processing : a review of the physics and applications, *Opt. Quant. Electron.* **27**-12,

- (1995), 1213.
- 11) Y. Sano, N. Mukai, K. Okazaki, and M. Obata, Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **121** (1997) 432-436.
 - 12) Montross, C.S., Wei, T., Ye, L., Clark G. and Mai, Y.W. : Laser shock processing and its effects on microstructure and properties of metal alloys : a review, Int. J. Fatigue. **24-10**, (2002), 1021.
 - 13) Orowan, E. : Problems of plastic gliding, Proc. Phys. Soc. London **52-1**, (1940), 8.
 - 14) Smith, C.S. : Metallographic studies of metals after explosive shock, Trans. Met. Soc. AIME **212**, (1958), 574.
 - 15) Meyers, M.A., Gregori, F., Kad, B.K., Schneider, M.S., Kalantar, D.H., Remington, B.A., Ravichandran, G., Boehly, T., Wark, J.S. : Laser-induced shock compression of monocrystalline copper : characterization and analysis, Acta Mater. **51-5**, (2003), 1211.
 - 16) Shehadeh, M.A., Bringa, E.M., Zbib, H.M., McNaney, J.M. and Remington, B.A. : Simulation of shock-induced plasticity including homogeneous and hetero-geneous dislocation nucleations, Appl. Phys. Lett. **89-17**, (2006), 171918.
 - 17) Bringa, E.M., Rosolankova, K., Rudd, R.E., Remington, B.A., Wark, J.S., Duchaineau, M., Kalantar, D.H., Hawreliak, J. and Belak, J. : Shock deformation of face-centred-cubic metals on subnanosecond timescales, Nat. Mater. **5-10**, (2006), 805.
 - 18) Shehadeh, M.A. : Multiscale dislocation dynamics simulations of shock-induced plasticity in small volumes, Philos. Mag. **92-10**, (2012), 1173.
 - 19) Gray III, G.T. : High-strain rate deformation : Mechanical Behavior and deformation substructures induced, Annu. Rev. Mater. Res. **42**, (2012), 285.
 - 20) Hansen, B.L., Beyerlein, I.J., Bronkhorst, C.A., Cerreta, E.K. and Dennis-Koller, D. : A dislocation-based multi-rate single crystal plasticity model, Int. J. Plast. **44**, (2013), 129.
 - 21) Mahajan, S. : Shock-induced substructural changes in pre-strained iron, Phys. Stat. Sol. **33**, (1969), 291.
 - 22) Jarmakani, H.N., Bringa, E.M., Erhart, P., Remington, B.A., Wang, Y. M., Vo, N.Q. and Meyers, M.A. : Molecular dynamics simulations of shock compression of nickel : From monocrystals to nanocrystals, Acta Mater. **56-19**, (2008), 5584.
 - 23) Harzic, R.L., Huot, N., Audouard, E., Jonin, C., Laporte, P., Valette, S., Fraczkiewicz, A. and Fortunier, R. : Comparison of heat-affected zones due to nanosecond and femtosecond laser pulses using transmission electronic microscopy, Appl. Phys. Lett. **80-21**, (2002), 3886.
 - 24) Hirayama, Y. and Obara, M. : Heat-affected zone and ablation rate of copper ablated with femtosecond laser J. Appl. Phys. **97-6**, (2005), 064903.
 - 25) Sano, T., Mori, H., Ohmura, E. and Miyamoto, I. : Femtosecond laser quenching of the ϵ phase of iron, Appl. Phys. Lett. **83-17**, (2003), 3498.
 - 26) Tsujino, M., Sano, T., Sakata, O., Ozaki, N., Kimura, S., Takeda, S., Okoshi, M., Inoue, N., Kodama, R., Kobayashi, K.F. and Hirose, A. : Synthesis of submicron metastable phase of silicon using femtosecond laser-driven shock wave, J. Appl. Phys. **110-12**, (2011), 126103.
 - 27) Kumar, A. and Pollock, T.M. : Mapping of femtosecond laser-induced collateral damage by electron backscatter diffraction, J. Appl. Phys. **110-8**, (2011), 083114.
 - 28) Matsuda, T., Sano, T., Arakawa, K., and Hirose, A. : Multiple-shocks induced nanocrystallization in iron, Appl. Phys. Lett. **105-2**, (2014), 021902.
 - 29) Borowiec, A., and Haugen, H.K. : Subwavelength ripple formation on the surfaces of compound semiconductors irradiated with femtosecond laser pulses, Appl. Phys. Lett. **82-25**, (2003), 4462.
 - 30) Sano, Y., Obata, M., Kubo, T., Mukai, N., Yoda, M., Masaki, K., and Ochi, Y. : Retardation of crack initiation and growth in austenitic stainless steels by laser peening without protective coating, Mater. Sci. Eng. A **417-1-2**, (2006), 334.
 - 31) Kawata, S., Sun, H., Tanaka, T., and Takada, K. : Finer features for functional microdevices, Nature **412-6848**, (2001), 697.
 - 32) Ashby, M.F. : The deformation of plastically non-homogeneous materials, Philos. Mag. **21-170**, (1970), 399.
 - 33) Liu, Q., Jensen, D.J. and Hansen, N. : Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminum, Acta mater. **46-16**, (1998), 5819.
 - 34) Ham, R.K. : The determination of dislocation densities in thin films, Philos. Mag. **6**, (1961), 1183.
 - 35) Takaki, S. : Limit of dislocation density and ultra-grain-refining on severe deformation in iron, Int. J. ISSI **2-1**, (2005), 21.
 - 36) Han, B.Q., Lavernia, E.J., and Mohamed, F.A. : Mechanical properties of iron processed by severe plastic deformation, Metall. Mater. Trans. A **34-1**, (2003), 71.
 - 37) Hansen, N. and Kuhlmann-Wilsdorf, D. : Low energy dislocation structures due to unidirectional deformation at low temperatures, Mater. Sci. Eng. **81**, (1986), 141.