

レーザアロイイングによる鋼の表面改質のための基礎実験

Fundamental Experiment for Surface Modification of Steel by Laser Alloying

○川尻豊(東京電大) 二反田将(東京電大) 八高隆雄(東京電大) 徳永剛(千葉工大)
◎五味健二(東京電大)

Yutaka KAWAJIRI, Department of Mechanical Engineering, Tokyo Denki University 5 Senjyu-asahi-cho, Adachi-ku, Tokyo 120-8551
Masashi NITANDA, Department of Mechanical Engineering, Tokyo Denki University 5 Senjyu-asahi-cho, Adachi-ku, Tokyo 120-8551
Takao YAKOU, Department of Mechanical Engineering, Tokyo Denki University 5 Senjyu-asahi-cho, Adachi-ku, Tokyo 120-8551
Tsuayoshi TOKUNAGA, Department of Mechanical Science and Engineering, Chiba Institute of Technology, Tsudanuma, Chiba 275-0016
Kenji GOMI, Department of Mechanical Engineering, Tokyo Denki University 5 Senjyu-asahi-cho, Adachi-ku, Tokyo 120-8551

1 緒言及び目的

工業製品は必ずしも容易にメンテナンスが行えるとは限らない。コンクリート構造物内に仕込まれた鉄筋や埋設配管などは埋め込まれているが故にメンテナンスが困難である。そのため、予め経年劣化を防ぐことが可能となる、耐食性や耐酸化性に優れた工業製品が求められているのが現状である。機械的特性を向上させ、工業製品の寿命を延ばすことにより、メンテナンスの簡略化及び頻度低下に繋がる。

既存の耐食・耐酸化処理方法は、高分子皮膜を用いて行っていたが、耐用年数の短さゆえに、機械的強度を長期に亘って保つという点に問題があった。そこでそれに代わる処理方法として、鋼表面にレーザ肉盛をすることで母材表面に直接耐食性、耐酸化性をもつ FeAlCr 合金皮膜層を形成させる方法に注目した。この方法は、希釈率が低いという利点があり、母材表面のみの熔融で皮膜との接合が可能であることにより実現している。また、炉などを用いないため、瞬間的に施工を行うことができ、施工する部材の大きさによる制限がないといった利点も存在する。これまで筆者らの研究グループでは、所望の組成比の合金膜を母材表面に得るために供給粉末の元素組成やレーザ出力密度を調整してきた。ところが、合金を生成する際に、異種金属同士がうまく混ざり合わなかった。そこで本研究では、メカニカルアロイイング(以降 MA)によって FeAlCr の粉末合金を生成し、これをレーザ粉末肉盛装置により鋼(S25C)の表面に焼き付け、形成された FeAlCr 合金皮膜の特性を評価し考察する。

2 基礎理論

Fe₂Al₅ や FeAl₃ など Al リッチな合金であり、これらは脆性的でクラックが生じる可能性があるため、金属間化合物皮膜に適さない。一方で、Fe₃Al や FeAl など Fe リッチな合金であり、これらは靱性が高くクラックを防ぐことができる。よって金属間化合物皮膜に適した Fe リッチな合金を形成するために粉末調合比率について考察する必要がある。

図 1⁽¹⁾は FeAl 合金状態図である。FeAl 合金は図中の α₂ の範囲に相当するため、Al の原子比率は 37-49 at%であることが読み取れる。そこで登丸⁽²⁾らの研究を参考に、耐酸性も考慮し Fe:Al:Cr=43:45:12 at%とした。基地金属の 1/8(12.5%)あるいはその倍数のところで合金の耐食性が急変することから、Cr の原子比率は Tammann の耐酸限⁽³⁾ともほぼ一致する。ただし、Cr が 12 at%以上の含有量だと脆性的になるため、本研究では 12 at%とした。

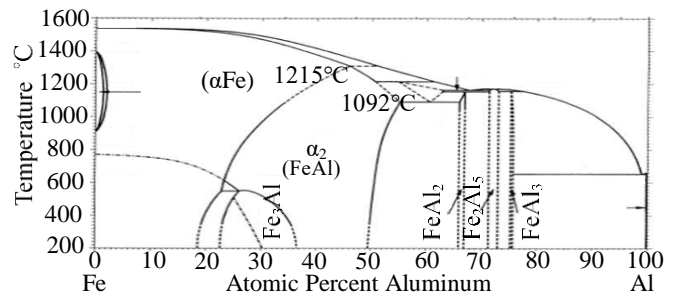


Fig.1 Fe-Al Alloy phase diagram⁽¹⁾

3 実験装置と試験片

Fe 粉末と Cr 粉末と Al 粉末を用いて、Fe:Al:Cr=43:45:12 at% になるように配合した。配合した Fe:Al:Cr=43:45:12 at% を遊星ボールミル(Fritch 社, planetary micro mill pulverisette 7)により、回転数 228 rpm で 100 h の MA 処理を行った。ボールは、直径 9.525 mm で材質は SUS440C である。粉末とボールの質量比は、1:10 である。MA 処理後の粉末を厚さ 0.5 mm 程度になるように母材表面に塗布した。母材は、S25C を用いた。母材表面に塗布した粉末をレーザ粉末肉盛装置により、母材表面に焼き付けた。焼き付け条件を表 1 に示し、焼き付け位置を図 2 に示す。また、レーザ粉末肉盛装置の外観を図 3 に示す。焼き付け後の鋼を電子顕微鏡(SEM)で成分組成の解析、及び硬さ試験機を用いてビッカース硬さを測定することで特性を解析した。

4 実験方法

4.1 試験片

試験片は S25C をフライス加工により切削したものをを用いた。この際、加工変質層の除去及び平滑な面を得るため、表面を耐水ペーパーでサンディングした。耐水ペーパーは #80, #100, #120, #180, #240, #320, #500, #700, #1000, #1500, #2000, #5000 と番手を上げていき、最後はバフ研磨で仕上げを行った。尚、加工変質層の除去は 9 μm 以上研磨することを目標とした⁽⁴⁾。研磨後測定した結果、411 μm 以上研磨できていた。レーザで粉末合金を焼き付けた後、顕微鏡で解析するために図 4 に示す直方体形状を放電加工で切り出した。切り出した試験片をビードの断面が観察できるようにプラスチック容器に入れ、エポキシ樹脂で包埋し、放電加工による加工変質層をプラスチック容器の底ごと研磨した。この際、加工変質層の除去は 40 μm^(5,6)以上研磨することを目標とし、実際には 217 μm 研磨できていた。用い

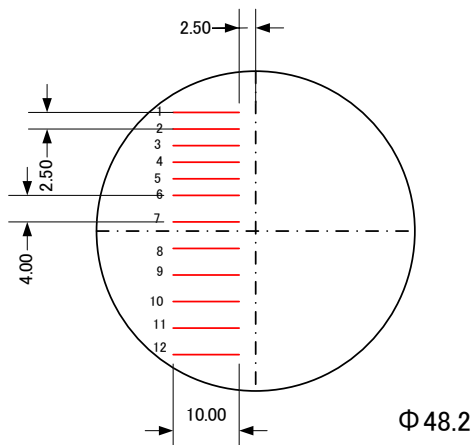


Fig.2 Laser alloying on the specimen

Table.1 Laser alloying condition

Specimen number	laser conditions			
	Power(750 W)[%]	Duty[%]	Speed [mm/s]	Out of focus [mm]
1	10	50	8	10
2	10×2			
3	20			
4	30			
5	40			
6	50			
7	60			
8	70			
9	80		6	
10	80		4	
11	80		4	5
12	80			

たサンディングペーパーは粉末合金焼き付け前と変わらないが、放電加工により平滑面が既に出現していることを考慮し、#320 から研磨とした。

4.2 硬さ試験による解析

本実験では、最も良好な結果が期待できると判断した 8 番のビードを解析した。硬さ試験はマイクロビッカース硬さ試験機(MHT-4, Anton Paar)により、測定荷重 0.245 N, 荷

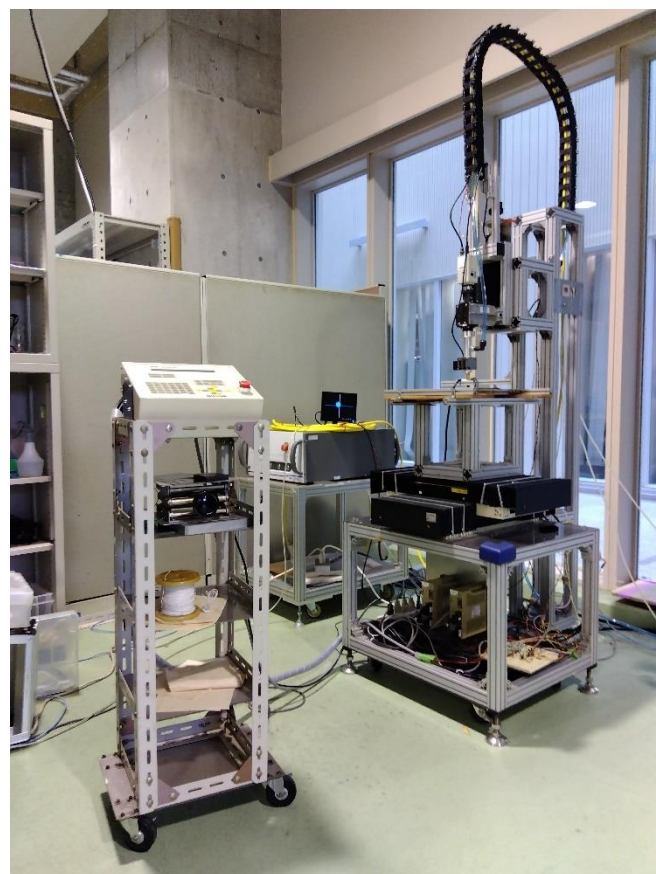


Fig.3 Laser alloying equipment

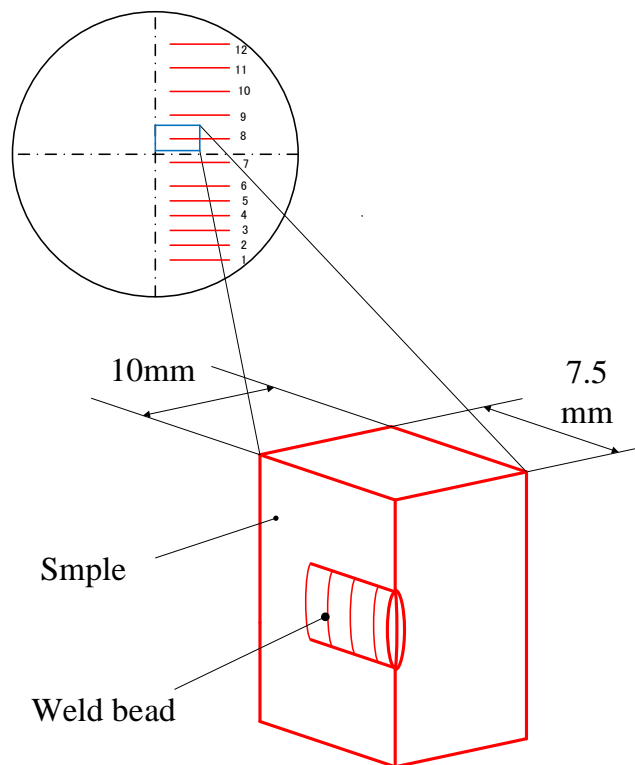


Fig.4 Weld bead observation position

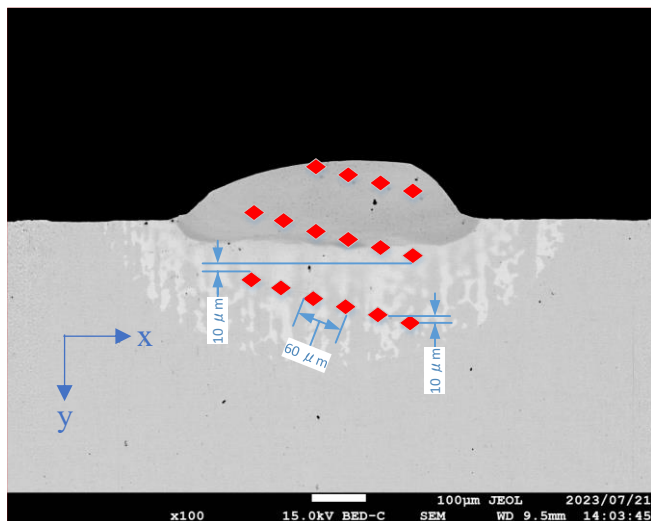


Fig.5 Indentation arrangement (simplified drawing)

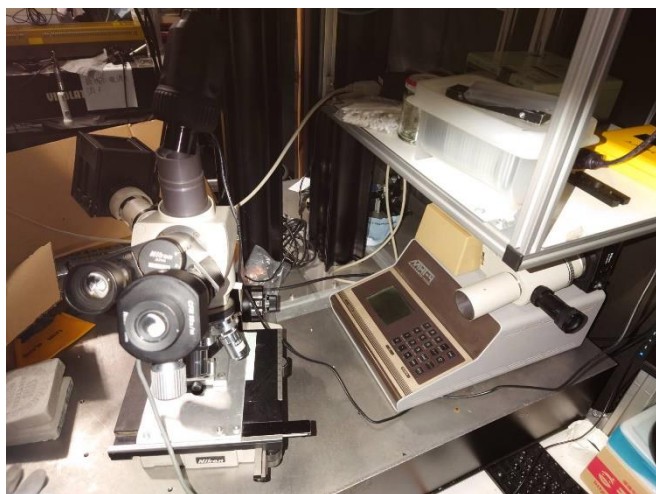


Fig.6 Hardness tester

重保持時間 30 s, 荷重勾配 0.04 N/s の条件下で行った。低い荷重で行った理由は、ビッカース硬さを測定するために打ち込まれるくぼみより、焼き付けたビード層が割れることを危惧したためである。また、くぼみの対角線長さは約 20 μm のため、加工硬化を考慮してくぼみ同士の最短距離は 60 μm 以上確保した。ただし図 5 に示すように y 方向の測定間隔を 10 μm とするため図のように斜めにくぼみを配列させた。コントロールがやや難しく実際の y 方向間隔の算術平均値は 13.4 μm , 最小値は 6.9 μm であった。図 6 に硬さ試験機の外観を示す。

4.3 SEM による解析

ショットキー電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM:JSM-7100F, 以降 SEM) により、ビード層から母材にかけて 8 番のビードの成分元素の解析を行った。この際、導電性確保のために Pt でコーティングを行った。図 7 に電子顕微鏡の外観を、図 9 に分析位置を示す。

5 実験結果及び考察

図 8 には、実際打ち込んだくぼみのビード層最上部からの距離とビッカース硬さの測定値を記し、斜線部に FeAl 金属間化合物のビッカース硬さ範囲の文献値⁽⁷⁾を示す。また、



Fig.7 Electronic microscope(SEM)

赤線は S25C の平均ビッカース硬さの文献値⁽⁸⁾を示す。ビード層のビッカース硬さが FeAl 金属間化合物のビッカース硬さ文献値の範囲に収まっているため、FeAlCr のビード層が形成されている可能性がある。ビード層最上部から徐々に下へ解析した結果、ビッカース硬さの値が向上してはいるものの、値の振れ幅が大きく、硬い部分とそうでない部分が交互に出現した。ビッカース硬さの値が大きくなったのは熱影響層 (図 5 の白い縞状の部分で図 8 の横軸 170~380 μm 付近の範囲) によるものであると考えられる。また、ビッカース硬さの振れ幅が大きくなったのは、熱影響層が縞状になっており、そこを横断するように測定したからであると推測する。

ビッカース硬さに加えて、SEM による成分元素の解析結果も図 8 に示す。SEM で成分組成を調べたところ、ビード層であると考えられる部分 (図 8 の横軸 0~120 μm) も Fe が 8 割を占め、Cr と Al が 1 割にも満たない結果となった。今回 MA で作成した粉末合金は Fe:Al:Cr=43:45:12 at% になるように配合しているため、レーザで焼き付けた後の合金ビード層の成分組成解析結果は焼き付け前の配合比から乖離している。この理由として、MA 処理時に問題があったと推測する、ボールで Fe, Al, Cr を混ぜ合わせた際に、Al のように柔らかい金属は粉末が融合し大きな粉末になり、ボールや壁面に付着した能性が考えられる⁽⁹⁾。

6 結論

MA で作成した Fe:Al:Cr=43:45:12 at% の粉末合金を母材となる S25C にレーザで焼き付けてできた 8 番のビードを解析した結果、硬さ試験によって FeAlCr の合金ビード層である可能性は示せたが、SEM の解析によって成分の割合が

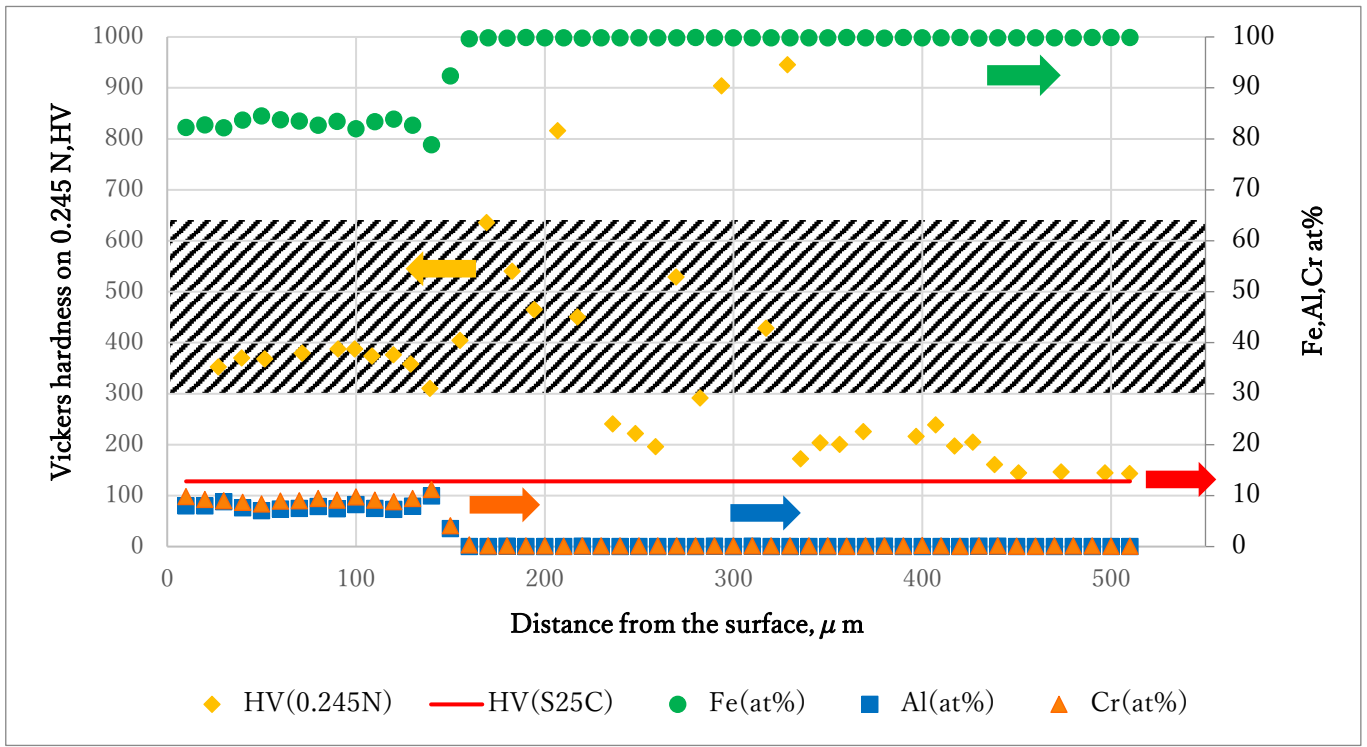


Fig.8 The results of hardness tests and SEM

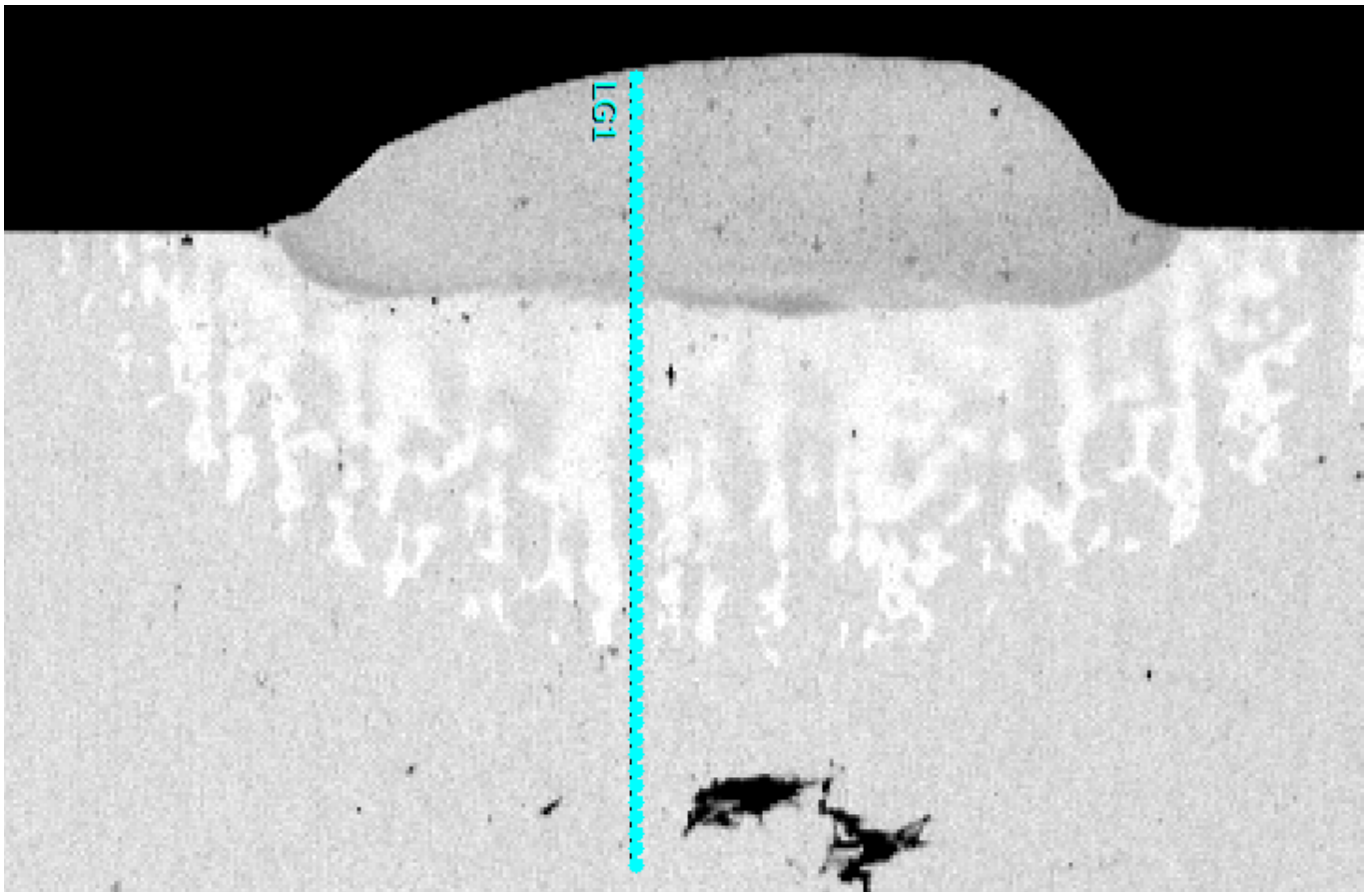


Fig.9 Analysis position by SEM

メカニカルアロイングを行う前と大きく変わっていることが判明し、特に Al の割合が 40 at% から 8 at% となっていた。この原因として MA 処理時に用いたボールや壁面に柔らかい Al が付着した可能性が挙げられる。今後は MA 処理時に Al も均等に混ざるよう助剤投入の検討を行う他、MA 以外の合金生成方法を模索することが課題となる。

7 参考文献

- (1) 坂公恭：表面科学：鉄と鋼：Vol. 97, No. 3 (2011), 117-122.
 - (2) 登丸雅英, FeAl の塩酸水溶液中における耐食性に及ぼす Cr 濃度の影響, 鉄と鋼, Vol.97, (2011), No.3.
 - (3) 伊藤伍郎, 改訂腐食科学と防食技術, コロナ社, 東京, (2005), 114.
 - (4) 上条一之 他：切削による加工変質層の評価, 長野工技センター研報告, No.10(2015), P26-P29.
 - (5) 増井清徳 他：精密工学会誌, 57-1, 128-143(1991).
 - (6) 増井清徳 他：精密工学会誌, 54-6, 1168-1173(1991).
 - (7) 八高隆雄, 佐々木朋裕, 小林重昭, 鉄と鋼, Vol. 89, No.11 (2003), 1178-1182.
 - (8) 長嶋信夫, 松岡三郎, 宮原健介, AFM 技術による微小硬さ測定, 日本機械学会論文集, Vol. 61, No.582 (1995), No.94-1048
 - (9) 石原慶一, 新材料創出におけるメカニカルアロイングの展望, 京都大学大学院エネルギー科学研究科, No.68(2021), 81-86.
-