

# レーザー加熱による鉄鋼の環境調和型被覆

茨城大学工学部超塑性工学研究センター

准教授 鈴木徹也

(平成 19 年度一般研究開発助成 AF-2007208)

## 1. 緒論

現在、私たちの社会は高性能、高機能、大量生産を目指した材料開発により豊かな社会を形成してきた。しかしその反面、我々の社会は大量の汚染物質を排出する社会となり、地球規模の環境問題が深刻化している。そこで我々が重要視しなければならないことは、高機能、高性能に加え、地球環境性の確保、将来の社会コストの回避という観点から持続可能な社会を形成することである<sup>1)</sup>。

鉄鋼材料は構造材料として現在最も多用されている材料である。しかし、高機能化を目的として添加されている Cr や Ni、Zn などはスクラップリサイクル時に鋼材に悪影響を与えてしまう。

我々の研究グループは、以前から構造材料の耐酸化性、耐食性、リサイクル性の向上を目的として、構造材料に Fe-Al 系金属間化合物で粉末共晶被覆を施す研究を行ってきた。Al 元素を選択した理由は、Al は Fe よりも酸化されやすい元素であり、スクラップ時にスラグとして分離することが比較的容易なためである。そこで、加福らは三元状態図を調べ、Fe-Al 系の共晶を利用する金属共晶被覆法を開発した<sup>2)</sup>。これは Fe 基材に Al<sub>3</sub>Ti 粉末を乗せ、加熱するだけの簡便な方法である。この方法により、鋼に耐酸化性、耐熱応力性に富んだ被覆を施すことに成功している。また Al、Ti 粉末の混合スラリーを基材に塗布し、シリコニット炉で加熱することでも同様の被覆層を得られることが確認されている<sup>3),4)</sup>。しかし、シリコニット炉の加熱では、基材自体の性質に悪影響を及ぼす可能性があった。そこで田家らは表面のみを加熱できるレーザーを熱源として使用した。レーザーは急速加熱で必要箇所のみを加熱できるため、基材の性質を損なうことなく局所的な表面処理を行

なえる。これまでに熱源にレーザーを使用しても被覆層の作製に成功している。

そこで本研究ではアルミニウム粉末共晶被覆で作製した試料に対し、高温耐酸化性および耐熱応力性の評価をすることにした。また、鉄鋼材料への被覆の可能性について吟味し、その特性を評価した。

## 2. 実験方法

### 2・1 試験片の作成準備

本研究では、被覆材に Al、Ti 粉末を採用した。Al 粉末は粒径約 3 μm、Ti 粉末は粒径約 25 μm である。これらを重量比で、Al:Ti=7:3 となるように秤量した。これは予備実験により得られた良好な被覆層が形成される混合比である。金属混合粉末に有機溶剤を結合材とし、不揮発性用材と混合することで粘度の高いペーストを作製した。これは、金属粉末をより均一に塗布するためである。金属粉末と有機溶剤の混合には攪拌機を使用した。

基材には、純度 99.5%の純鉄、および機械構造用炭素鋼鋼材である S45C を用い、12×12×2mm に加工して使用した。ペースト塗布直前に基材を 220 番のエメリー紙で湿式研磨した。その後、混合粉末ペーストをはんだ技術で用いられるマスク印刷法で基材に約 100 μm の厚さに塗布した。マスク印刷法はブレードを用いて基材上に乗せたペーストを引き伸ばす方法であり、ペーストを均一な厚さに塗布できる。マスク印刷法の概略図を Fig. 1 に示す。この混合粉末ペーストを塗布した試料を呼び加熱乾燥処理した後、アルゴン雰囲気中にてレーザー加熱処理を行なった。

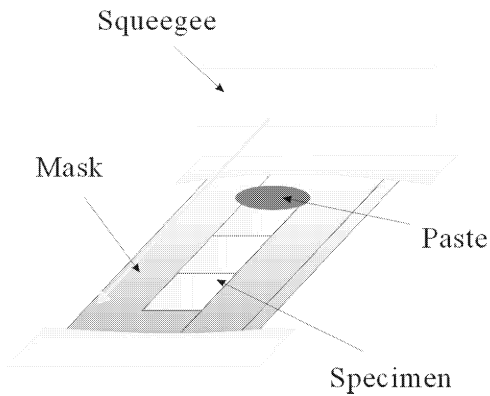


Fig.1 The mask printing method

### 2・2 レーザ加熱処理

レーザー加熱装置には、日立建機ファインテック(株)製 LU300 を使用した。レーザー走査速度は 60mm/min で、周波数 100Hz、パルス幅 4.00ms に設定した。エネルギー密度はレーザー焦点はずし距離を 5.00mm に設定することで制御した。これらは予備実験により得られた。また、純鉄は電圧を 190~200V、パルスエネルギーを 0.7J 前後に設定することで被覆層を作製し、S45C は電圧を 185~200V、パルスエネルギーを 0.59~0.92J に変化させることで良好な被覆を得られるエネルギーを検討した。

レーザー走査経路はレーザーパワーを安定させるための予備照射部分と 7mm×7mm の加熱部分からなり、レーザー照射間隔は 0.2mm とした。

### 2・3 評価試験

被覆層の特性を評価するため、連続酸化試験および繰り返し加熱冷却試験を行なうことにした。連続酸化試験は電気炉を用いて連続酸化試験は電気炉を用いて、1073K および 1173K 静止大気中で 86.4ks の加熱を行ない、被覆層の高温耐酸化性を評価した。また繰り返し加熱冷却試験は電気炉を用いて、1073K および 1173K 静止大気中で 120s 保持した後水冷する工程を繰り返し、被覆層の耐熱応力性を評価した。それぞれの評価試験を行なった試料は、表面状態を CCD マイクロスコップで観察した後に、SEM の BEI モードを用いて断面を観察した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3・1 純鉄試料の連続酸化試験

Fig. 2 に 1073K における連続酸化試験後の断面 SEM 像を示す。被覆を施した部分に脆い酸化物は確認されず、また基材内部にも酸化物は確認されない。一方、被覆を施していない部分には、表面に脆い酸化物が確認できる。このことから、被覆層は高温耐酸化性に優れていると言える。また、連続酸化試験後の被覆層表面に変色を確認された。これは被覆層表面に保護被膜が形成されたためと考えられる。

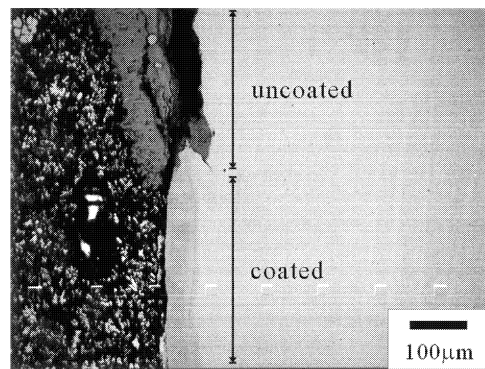


Fig.2 Cross sectional SEM image of pure-iron after oxidation test

### 3・2 純鉄試料の繰り返し加熱冷却試験

1073K における繰り返し加熱冷却試験前後の被覆層表面写真を Fig. 3 に、断面 SEM 像を Fig. 4 に示す。被覆層にはく離は見られないが、クラックの発生は確認することが出来た。このクラックは、被覆層と基材の熱膨張係数の差に起因する熱応力により発生したと考えられる。クラックを抑制するために被覆層の耐熱応力性を向上させる必要がある。そこで表から裏にかけて材質が徐々に変化する傾斜機能材料に注目した。過去の研究では、熱源にシリコン炉を用い、二段階加熱処理をすることで組成傾斜させることに成功し、クラックやはく離は発生せず、耐熱応力性に優れることが確認された。そこで、二段階加熱処理をレーザーでも適用し、耐熱応力性の向上を試みた。

二段階レーザー加熱処理をした試料の繰り返し加熱冷却試験前後の表面写真を Fig. 5 に示す。Fig. 3 と

比較して被覆層にクラックの発生は確認できない。  
このことから、二段階加熱処理を行なうことで被覆層の耐熱応力性は向上したと考えられる。

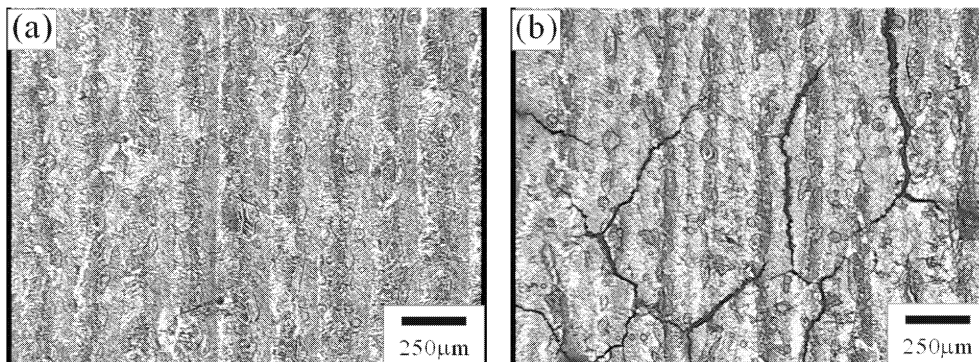


Fig.3 Surface substance images of pure-iron  
(a) Before cyclic heating and cooling test  
(b) After cyclic heating and cooling test

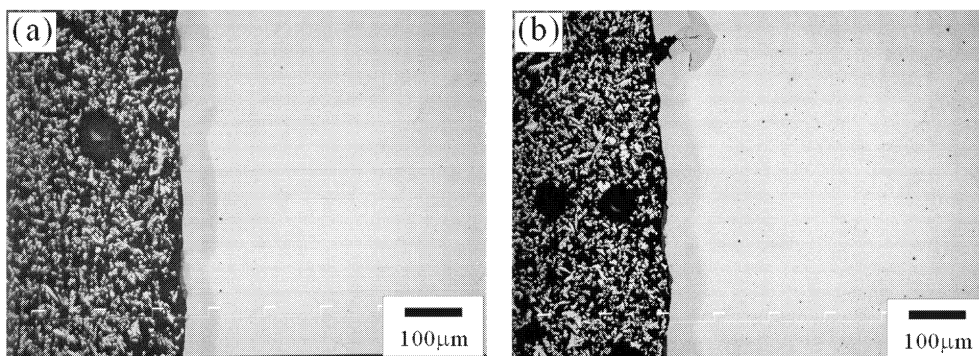


Fig.4 Cross sectional SEM images of pure-iron  
(a) Before cyclic heating and cooling test  
(b) After cyclic heating and cooling test

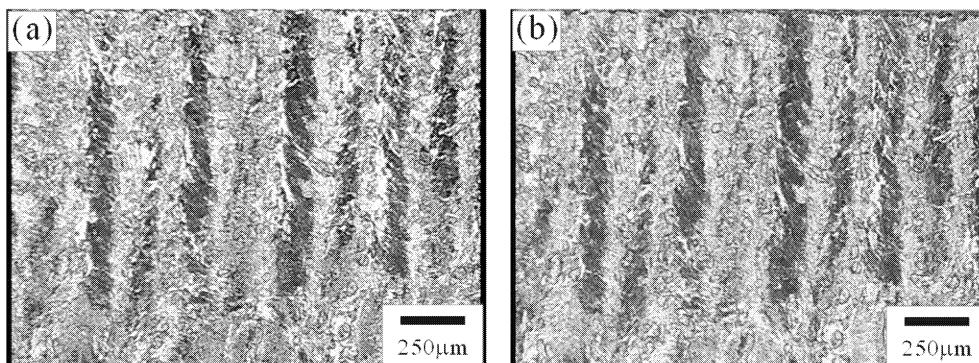


Fig.5 Surface substance images of pure-iron of two-times heat treatment by laser  
(a) Before cyclic heating and cooling test  
(b) After cyclic heating and cooling test

### 3・3 鉄鋼材料への被覆層の作成

Fig. 6にパルスエネルギー0.79Jでレーザ加熱処理を行なった試料の断面 SEM 像を示す。被覆層にクラックや剥離の発生は確認されず、また連続的に被覆していることも確認できる。このことから鉄鋼材料に対しても良好な被覆が得られることが確認できた。

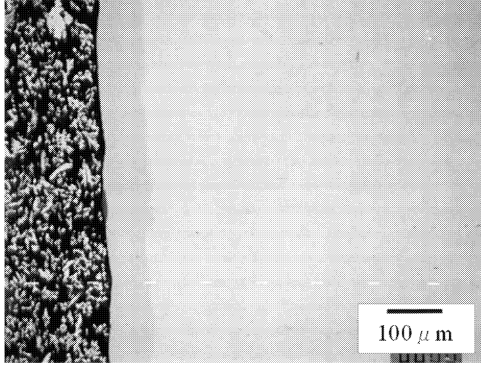


Fig.6 Cross sectional SEM image

### 3・4 連続酸化試験

本研究では被覆層の高温耐酸化性を評価するため、比較材として SUS304 に同様の連続酸化試験を行な

った。Fig. 7(a)、(b)にそれぞれ 1173K における連続酸化試験後の被覆層の断面 SEM 像、および SUS304 の断面 SEM 像を示す。鉄鋼基材の断面 SEM 像を見ると、被覆層表面および内部に酸化物は確認されない。また SUS304 の断面 SEM 像を見てみると、基材内部にまで酸化物が発生していることが確認できる。このことから Fe-Al 系金属間化合物は高温耐酸化性に優れることが確認された。

### 3・5 繰り返し加熱冷却試験

1173K における繰り返し加熱冷却試験前後の被覆層の表面写真を Fig. 8 に、断面 SEM 像を Fig. 9 に示す。被覆層にはく離は見られないが、基材まで達するクラックが確認され、基材内部に酸化物の発生が確認される。このクラックは、被覆層と基材の熱膨張係数の差に起因する熱応力により発生したと考えられる。このことから得られた被覆層は耐熱応力性に乏しいことが確認された。このことから二段階レーザ加熱処理を行なうなどして被覆層の耐熱応力性の向上が課題となってくる。

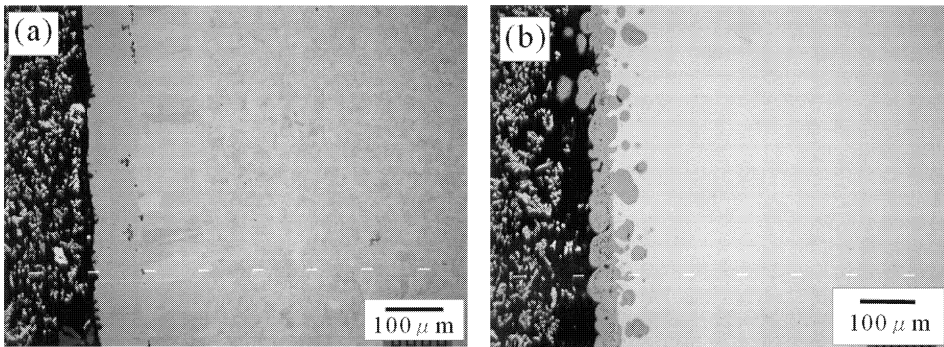


Fig.7 Cross sectional SEM images after oxidation test

(a) S45C (b) SUS304

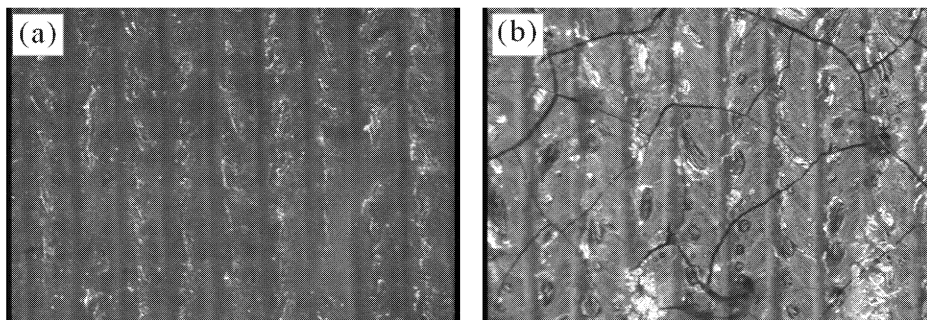


Fig.8 Surface substrate images

(a) Before cyclic heating and cooling test  
(b) After cyclic heating and cooling test

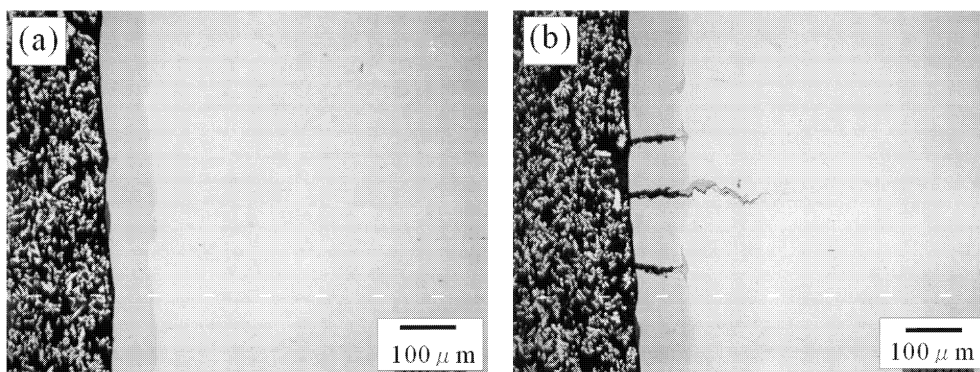


Fig.9 Cross sectional SEM images

(a) Before cyclic heating and cooling test

(b) After cyclic heating and cooling test

#### 4. 結論

連続酸化試験の結果、被覆層は高温耐酸化性にすぐれる。繰り返し加熱冷却試験の結果、被覆層は耐熱応力性に乏しい。

- ・二段階レーザー加熱処理により、被覆層の耐熱応力性は向上する。
- ・鉄鋼材料への被覆層の作製に成功した。

#### 参考文献

- 1) 山本良一：地球を救うエコマテリアル革命、徳間書店、(1995)
- 2) H. Kahuku, Y. Tomota, M. Isaka, and T. Suzuki : *Metall. Trans. A* 33A (2002) 3235
- 3) 鈴木徹也、寺田真一、友田陽：鉄と鋼, 91 (2005) pp. 206-211
- 4) K. Murakami, N. Nishida, K. Osamura, Y. Tomota, and T. Suzuki : *Acta Materialia* , 52 (2004) pp. 2173-2184