

# 高温アルミナイジングが鋼の耐摩耗性 および被削性に及ぼす影響

2006年3月

横浜国立大学附属図書館

経済学部 工学系

11734557

横浜国立大学附属図書館



11734557

寄贈者：佐々木朋裕

11734557  
高温アルミナライジングが鋼の耐摩耗  
性および被削性に及ぼす影響

---

377.51  
5A

平成 17 年度 博士論文

# 高温アルミナイジングが鋼の耐摩耗性 および被削性に及ぼす影響

指導教官 八高隆雄 教授

横浜国立大学附属図書館



11734557

横浜国立大学大学院工学府  
機能発現工学専攻 03SA302  
佐々木 朋裕

# 目次

## 第1章 緒論

2.1 はじめに	1
2.2 Fe-Al 二元系合金状態図	2
2.3 アルミナイジングの工業的手法	5
2.4 アルミナイジングに関する過去の研究	7
1.4.1 合金層中に形成される金属間化合物	7
1.4.2 合金層形成に及ぼす添加元素の影響	10
1.4.3 合金層の成長過程	11
2.5 本研究の目的	17
2.6 本論文の構成	18
第1章の文献	20

## 第2章 溶融アルミニウムめっき中における合金層形成

2.1 緒言	23
2.2 実験方法	24
2.3 実験結果	25
2.3.1 溶融アルミニウムめっきによって形成される合金層	25
2.3.2 溶融アルミニウムめっき中における合金層の厚さと浸漬時間の関係	26
2.4 考察	36
2.4.1 速度定数 $k$ に及ぼす素地鋼の炭素濃度の影響	36
2.4.2 合金層と鋼の界面に及ぼすめっき浴温度の影響	37
2.4.3 Al 含有量の低い金属間化合物が形成されない原因	37
2.7 小括	39
第2章の文献	47



### 第3章 Fe-Al 系合金層形成に及ぼす拡散条件の影響

3.1 緒言	49
3.2 実験方法	49
3.2.1 熔融アルミニウムめっき鋼の拡散処理	49
3.2.2 箔アルミナイズング	50
3.2.3 $Fe_2Al_5$ /鋼拡散対による実験	50
3.3 実験結果	57
3.3.1 熔融アルミニウムめっき後の拡散処理で形成される合金層	57
3.3.2 箔アルミナイズング法で形成される合金層	58
3.3.3 Al 濃度と硬さの関係	59
3.3.4 拡散処理で形成される合金層の厚さと拡散時間の関係	59
3.4 考察	69
3.4.1 $Fe_2Al_5$ /鋼拡散対に形成される合金層の厚さと拡散時間の関係	69
3.4.2 Al 固溶層形成に及ぼす炭素含有量の影響	69
3.5 小括	71
第3章の文献	79

### 第4章 アルミナイズド鋼の耐摩耗性

4.1 緒言	80
4.2 実験方法	81
4.2.1 アルミナイズド鋼の3元アブレシブ摩耗試験	81
4.2.2 Fe-Al 系金属間化合物試料の作製	81
4.2.3 フェライト-セメンタイト複合材の作製	92
4.2.4 2元アブレシブ摩耗試験	83
4.3 実験結果	92
4.3.1 アルミナイズド鋼の摩耗特性	92

4.3.2	Fe-Al 系金属間化合物の摩耗特性	92
4.3.3	フェライト-セメンタイト材の摩耗特性	93
4.4	考察	100
4.4.1	摩耗抵抗と硬さの関係	100
4.4.2	硬い材料の摩耗量が増加する原因	101
4.4.3	Fe-Al 系金属間化合物の耐摩耗性	102
4.5	小括	103
	第4章の文献	111

## 第5章 高温アルミナイズド鋼の被削性

5.1	緒言	113
5.2	実験方法	113
5.2.1	被削材の作製	113
5.2.2	切削試験	114
5.3	実験結果	119
5.3.1	被削材直径の変化と形成された合金層の関係	119
5.3.2	被削材内部の硬さ	119
5.3.3	アルミナイズド鋼切削時の工具摩耗	120
5.4	考察	126
5.4.1	工具摩耗の原因	126
5.4.2	FeAl 層および Al 固溶層の切削に及ぼす切削速度の影響	127
5.4.3	アルミナイズド鋼の切削加工による仕上げ面	128
5.5	小括	128
	第5章の文献	135

## 第6章 Fe-Al 系金属間化合物の被削性

6.1 緒言	136
6.2 実験方法	136
6.2.1 Fe-Al 系金属間化合物の作製	137
6.2.2 断続切削による被削性の評価	137
6.2.3 工具寿命の評価	138
6.3 実験結果	143
6.3.1 Fe-Al 系金属間化合物の加工面と切り屑	143
6.3.2 Fe-Al 系金属間化合物切削時の工具摩耗と加工面	143
6.3.3 Fe-Al 系金属間化合物の被削性に及ぼす工具材質の影響	144
6.4 考察	154
6.4.1 Fe-Al 系金属間化合物切削時の工具寿命	154
6.4.2 工具摩耗の機構	155
6.5 小括	156
第6章の文献	161
<b>第7章 総括</b>	<b>162</b>
謝辞	165

## 第1章 緒論

## 1.1 はじめに

鉄鋼材料は安価で強い材料として現代社会で不可欠な材料である。しかし、一般に炭素含有量が増加するほど錆びやすくなる傾向があり、耐食性の向上が求められる。また、機械用部品では強靱性と併に耐摩耗性や耐疲労性が要求されることが多い。これらの特性を得るために、他の材料との複合化が必要になる。複合材料は、「2種類以上の素材を複合して、物理的にも化学的にも異なる相を形成し、それによって何らかの有効な機能を生み出した材料」とも定義される。特に、材料の表面に耐摩耗性、耐食性、電気的特性、装飾性などの機能を付与すること、すなわち、表面の複合化、機能化を目的として行うものを表面改質と呼ぶ[1]。

鉄鋼材料の表面を異種金属、合金、金属間化合物およびセラミックスなどで複合化する技術は、従来から数多く考案されてきた。Fe-Al系では耐食性向上の手段として溶融アルミニウムめっきや粉末パック法（カロライジング）などが工業的に用いられている[2-3]。これらの処理では、Alと鋼中のFeとの反応拡散によってFe-Al系合金層が形成される。しかし、合金層中に生成する化合物は $\text{FeAl}_3$ や $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ のような組成範囲が狭く、極めて脆い金属間化合物であるため、加工性の低下や熱応力による被膜の破壊が問題となっていた。特に、溶融アルミニウムめっきではこの合金層の厚さを薄くすることが望まれ、その応用は耐食性用途に限られてきた。

近年、鉄鋼材料の更なる品質の向上、高強度化を目指して、母材と被覆層との間で組成や組織を連続的に変化させる傾斜機能材化が注目されている。反応拡散によって形成された合金層の中で組成が連続的に変化する様な場合、この反応拡散を利用すれば熱処理のみにより簡単に効率よく傾斜構造を得ることができる[4]。アルミナイジングにおいても、合金層に組成幅が広く比較的靱性の高い $\text{FeAl}$ や $\text{Fe}_3\text{Al}$ などの金属間化合物を形成させることができれば、鋼の傾斜機能化の手法としての利用が可能となる。したがって、アルミナイジングを金属間化合物と鋼の複合化および傾斜機能化の手法として見直し、合金層の形成過程、機械的

特性について改めて探ることは工業的に意義あることと考えられる。

本研究では、アルミナイジングで形成される Fe-Al 系合金層の形成過程の解明を試み、さらにアルミナイズド鋼の耐摩耗性、被削性を調べ、アルミナイズドの鋼の応用拡大の可能性の検討を行った。

## 1.2 Fe-Al 二元系合金状態図

Fe-Al 系状態図には、図 1.1 に示すような 5 種類の安定な金属間化合物の存在が知られている。図 1.2 は Fe-Al 系状態図上に現れる金属間化合物の結晶構造を示している。Al 含有量が 34–62mass% の範囲では、3 種類の金属間化合物、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 、 $\text{FeAl}_3$  が形成され、結晶構造はそれぞれ三斜晶、斜方晶および単斜晶であることが確認されている[6]。 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  では斜方晶の c 軸方向が Al 原子の空孔によって占められており、これが後節で述べるアルミナイジング中の  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の成長速度が大きい原因であると考えられている。これらの Al 含有量の多い金属間化合物は非常に脆く単体での応用の可能性は低い。

一方、Al 含有量が 30mass% 以下の  $\text{FeAl}$  および  $\text{Fe}_3\text{Al}$  はそれぞれ bcc 格子を基本とした B2 型および  $\text{D0}_3$  型の規則格子を持つ金属間化合物である。 $\text{FeAl}$  および  $\text{Fe}_3\text{Al}$  の密度は、5.4–6.7Mg/m<sup>3</sup> 程度であり[7]、現在使用されているステンレスや Ni 基超合金に比べて比強度が高く、耐酸化性、耐硫化性にも優れるため、高温構造材料としての実用が期待されている。しかし、室温での延性は従来の材料よりも劣ること、600°C 以上で急激に強度が低下することなどの理由から未だ本格的な実用には至っていない。近年の研究[8]では、 $\text{Fe}_3\text{Al}$  を微細組織に制御することにより 15–20% の伸びが可能であることが明らかにされている。図 1.3[7] に Al 含有量が 50at% 以下の時の Fe-Al 系合金の降伏応力と引張伸びと Al 含有量の関係を示す。降伏応力は Al 含有量がおおよそ 25at% までは上昇するが、それ以上では延性の低下に伴い脆性破壊が生じ、降伏応力は低くなっている。これは B2 型構造の化学量論組成である 50at%Al(30mass%Al) に近づくほど Al 原子サイトが過剰の Fe 原子で占められる点欠陥が減少し、APB (逆位相境界) エネルギーを増加させるためであると考えられている[9-11]。



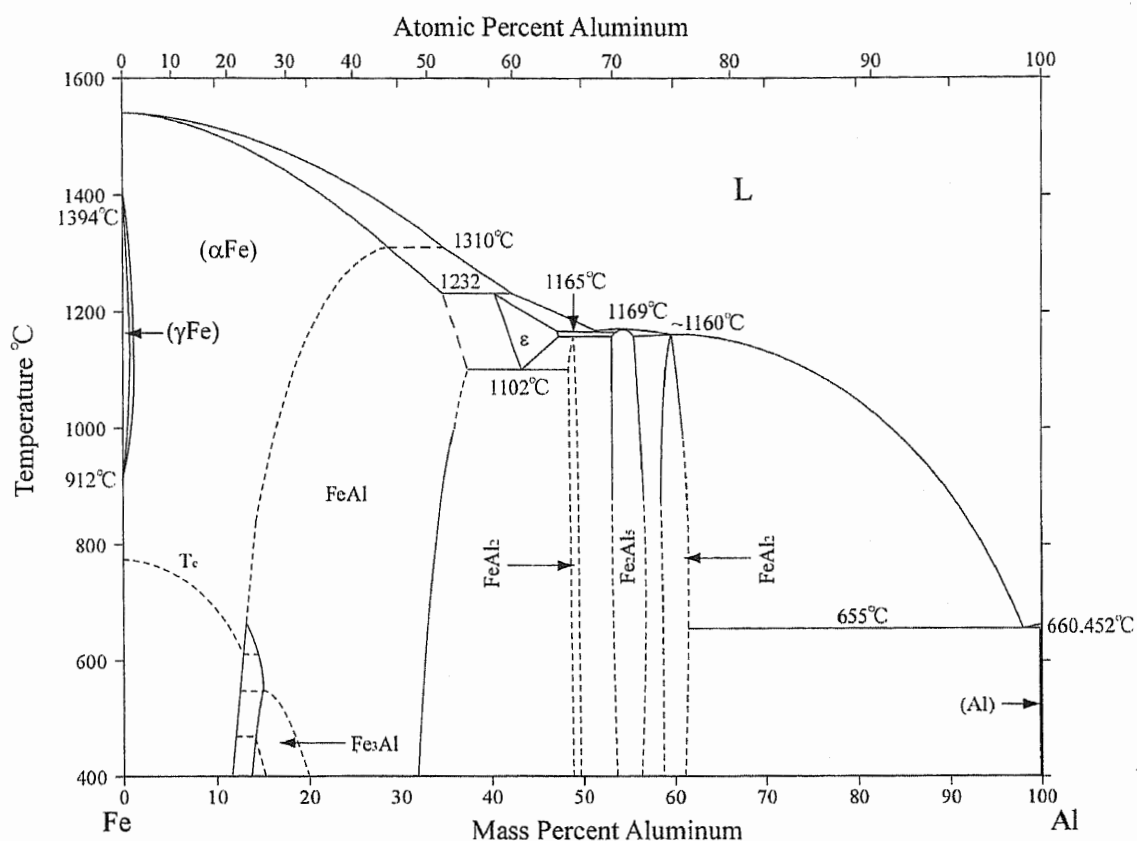


Fig.1.1 Fe-Al alloy phase diagram[5].

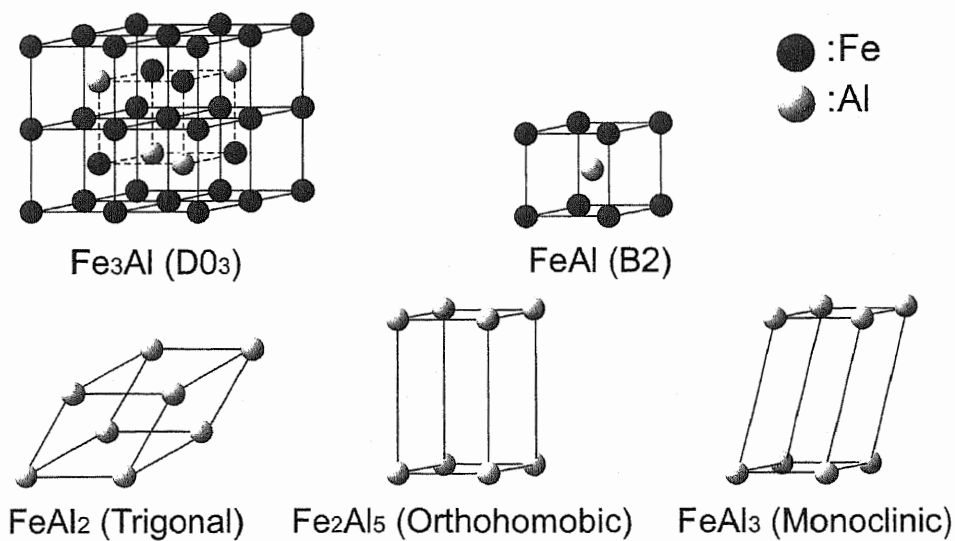


Fig.1.2 Crystalline structures of Fe-Al intermetallic compounds.

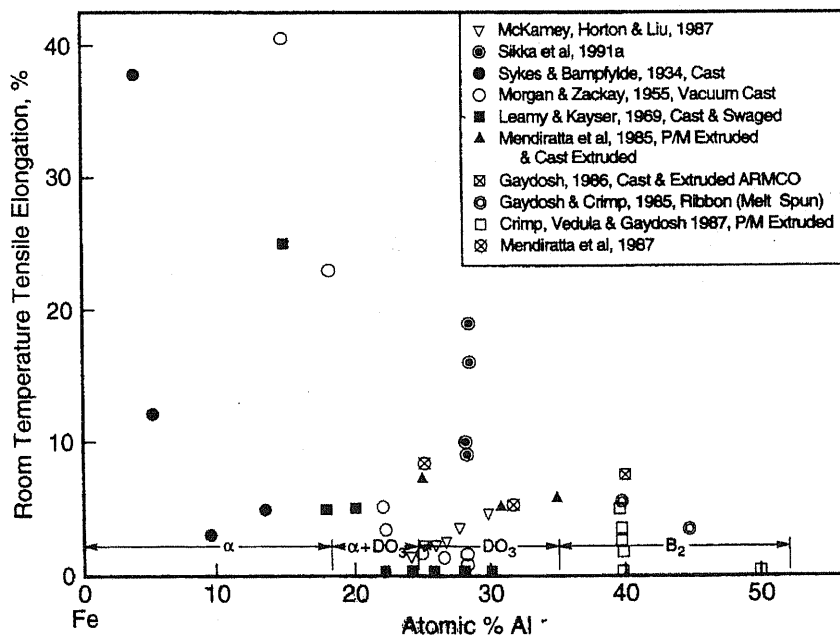
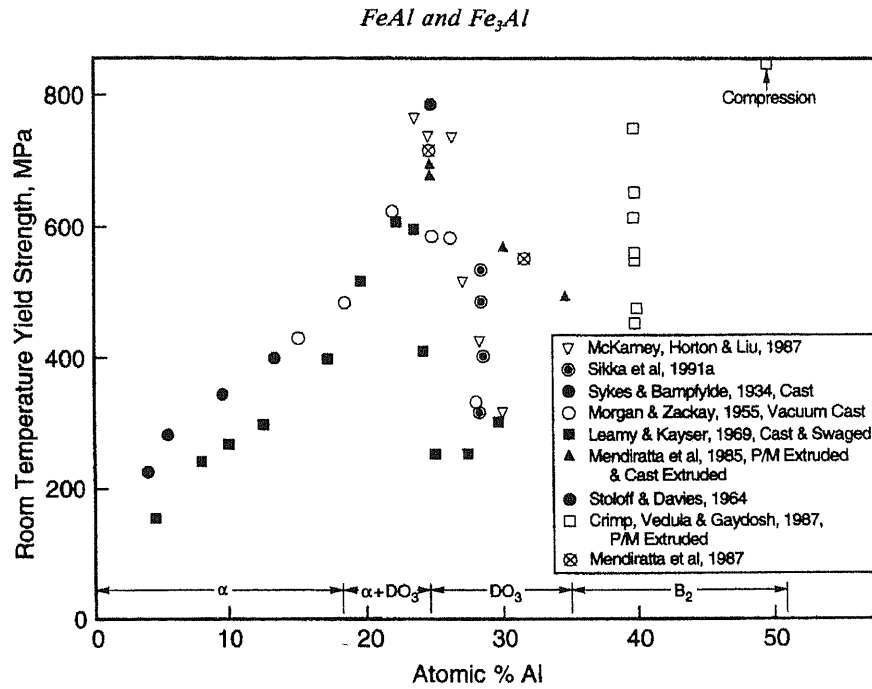


Fig.1.3 (a) Room-temperature yield strength dependence on Al content. (b) Room-temperature tensile elongation dependence on Al content[7].

### 1.3 アルミナイジングの工業的手法

金属あるいは非金属を拡散浸透させることで表面層の化学組成を変えて耐摩耗性、耐熱性あるいは耐食性を向上させる表面改質法を拡散被覆法(diffusion coating)と呼ばれる。拡散被覆法で形成された表面には拡散させた元素を含む合金層が形成され、表面から内部に向かって濃度傾斜を有するものに改質される。拡散被覆法は工業的に古くから利用され、B を拡散させる方法はボロナイジング (boronize)、Cr ではクロマイジング(chromize)、Al ではカロライジング(calorize)等と呼ばれる[12]。これらの処理は主に、浸透させる物質の粉末と被処理物を共に加熱する「粉末パック法」を用いたものであるが、被処理物表面に異種物質をコーティングし、後処理として拡散処理を施すことで合金層を形成させることもできる。「アルミナイジング」(aluminizing)とは、カロライジングも含めたアルミニウムによる表面改質全体を指す場合もあるが、本論文では特に鋼の表面にアルミニウムをコーティングした後、拡散処理により Fe-Al 系合金層を形成させる処理をアルミナイジングとして定義する。

鋼の表面にアルミニウムをコーティングする方法としては、以下のようなものが挙げられる。

- (i) 溶射法
- (ii) クラッド法
- (iii) 電気めっき法
- (iv) 蒸着法
- (v) 熔融めっき法

これらのうち、熔融めっき法ではめっき処理中の熔融アルミニウムと鋼の反応拡散によって合金層が形成されるため被膜の密着性に優れ、比較的厚い被覆が可能である。また、大量かつ大型の鋼を経済的にめっきする方法として現在工業的に最も多く利用されている。以上のような理由から、本研究では、アルミニウムの被覆法として熔融アルミニウムめっきを採用しているのでその工業的手法について概説する。

溶融アルミニウムめっきは 1893 年に工業的に始められたが、Sendzimir 法[13] (連続式溶融めっきライン, 図 1.4) で製造したのは 1939 年, アームコ社が世界最初である. 日本では, 1963 年頃から溶融アルミニウムめっき鋼板が市販され, 1970 年代より主に自動車の排気系材料, 燃焼機器, 家電製品に使用が広がってきた[14]. また, 装飾性や大気中の耐食性に優れるため, 建材にも多く利用されている. アルミニウムめっき鋼板の耐酸化性は反応拡散で形成した Fe-Al 系合金層が熱的に安定で, 合金層自体が良好な耐酸化性を有することに依存している. しかし, この合金層は,  $Fe_2Al_5$  のような非常に脆い金属間化合物であり, その後の成形加工中に合金層での脆性破壊により被膜が剥離しやすい. このため, 実用範囲は耐食性, 耐酸化性用途に限られている[15-17].

溶融アルミニウムめっき鋼板はこのような脆性的な合金層の成長を抑制する目的で共析組成近く(およそ 11mass%)の Si を添加したアルミニウム浴でめっきを行うタイプ 1 と耐食性, 装飾性を重視した純アルミニウム浴でめっきを行うタイプ 2 に分けられる[15,18]. 日本ではタイプ 2 はほとんど生産されておらず, タイプ 1 が主流である. 近年では, 特に自動車業界においてさらなる製造・組み立ての機械化・高速化をはかるため, 表面処理鋼板が加工に用いられるようになり, プレス成形性, 塗装性, 機械加工性などが求められているが, 合金層の組成を緩やかに変化させる傾斜機能化の発想は適用されていない.

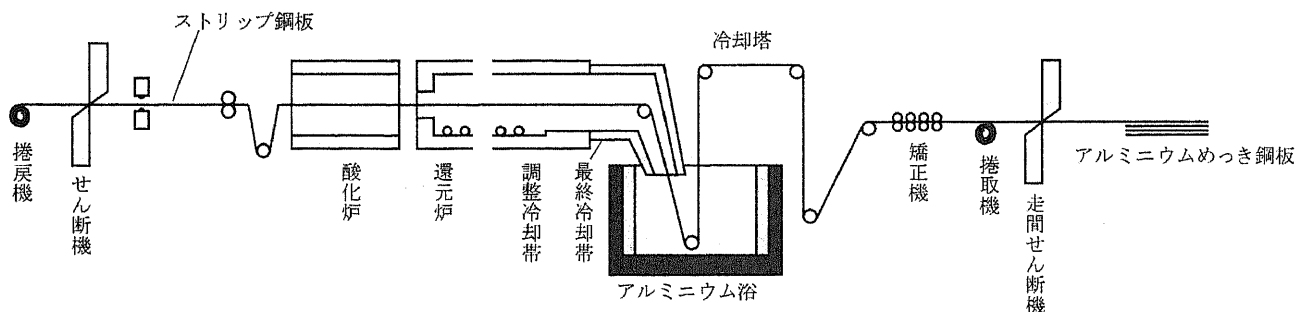


Fig.1.4 Sendzimir type process[13].

## 1.4 アルミナイジングに関する過去の研究

### 1.4.1 合金層中に形成される金属間化合物

反応拡散において、多くの系では平衡状態図に示されている全ての平衡相が出現する。しかし、全ての平衡相が出現しない系や出現はするが潜伏期間を示す系などが報告され、Fe-Al系もこれらに含まれる。その理由については現在のところ明確にはなっていないが、次節で述べる反応拡散によって形成された相の核生成の困難さと各相の界面の移動方向が関連していると考えられている[19]。

アルミナイジングに関する過去の研究は、工業的な重要性からほとんどが溶融アルミニウムめっきに関するもので、基礎研究としては特にタイプ2相当する純アルミニウム浴を用いた場合が多い。図1.5に溶融アルミニウムめっき鋼の典型的な断面を示す。溶融アルミニウムめっきされた鋼の表面にはアルミニウム層が存在し、鋼との中間に合金層が形成される。また、合金層と鋼の界面は不均一で「舌状 (tongue like)」又は「鋸歯状 (serrated)」と表現される。

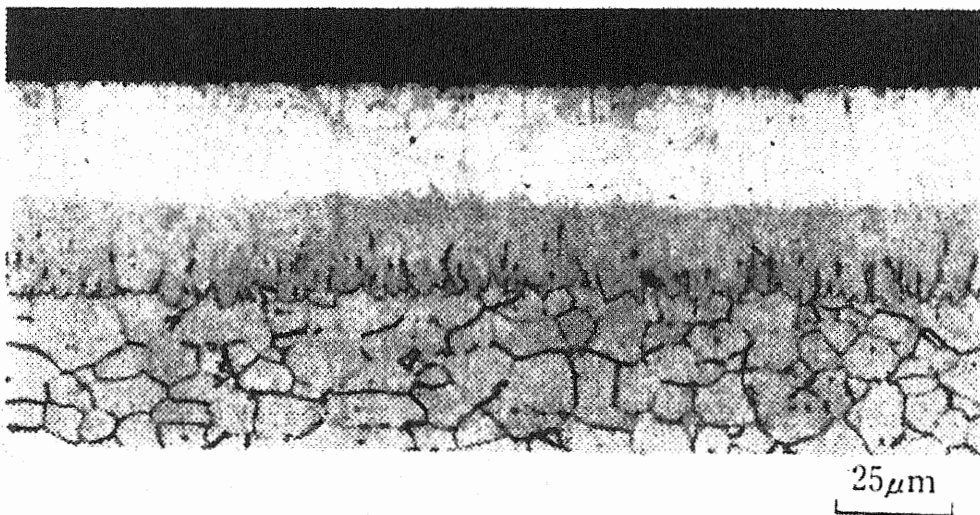


Fig.1.5 Cross sectional micrograph of hot-dip aluminum coated steel[20].



合金層中に形成されている金属間化合物は古くは  $\text{FeAl}_3$  の単相や  $\text{FeAl}_2$  と  $\text{FeAl}_3$  の2相であると考えられてきた[55]. しかし, 合金層は主に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  であることが Gebhardt ら[21] によって提案され, その後の研究[21-27]から現在では一般的に受け入れられている. また, 鋸歯状の界面付近のごくわずかな領域には Al 固溶フェライト相が形成されることが明らかにされている[23].  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の形成が支配的な理由は Heuman と Dittrich ら[26]によって提案されている.  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の結晶構造は図 1.6 に示すような斜方晶で, c 軸上に沿って多量の Al 原子サイトの空孔が存在する. このため, Al 原子の拡散速度が大きく  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の成長速度を上昇させるというものである. また, この c 軸上の拡散の異方性は鋸歯状の界面の原因ともなるとも考えられている[26].

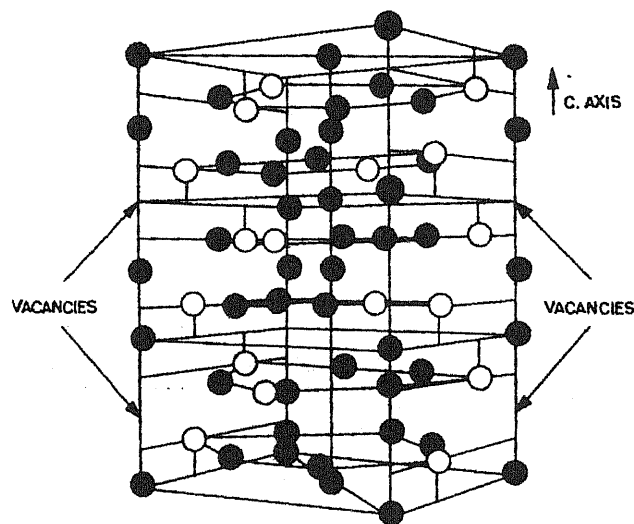


Fig.1.6 Crystal structure of  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ [28].

溶融アルミニウムめっきの条件は研究者によって, アルミニウム浴中への浸漬時間や浴の組成, 素地鋼中の元素が異なるため明確にはなっていないが,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  を主とした合金層中にわずかに  $\text{FeAl}_2$  や  $\text{FeAl}_3$  のような金属間化合物の形成も確認されている[28-32]. Bedford ら[33]はアルミニウムと鋼の界面に針状の  $\text{FeAl}_3$  が形成され, その後直ちに  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  が形成され, 続いて少量の  $\text{FeAl}_2$ , Al 固溶フェライト相が形成されることを見出し, その

後の研究者[34,35]にはこの考えが一般的に受け入れられているようである。また、溶融アルミニウムめっき鋼は 700–800°C 程度の耐酸化性用途にも使用され、予備拡散処理として 800–850°C の加熱が施される。この場合、表面の Al は全て反応拡散に消費され完全な合金層となり、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  と鋼の界面に  $\text{FeAl}_2$  と Al 固溶フェライト相がわずかに形成されることが確認されている[26,36]。以上の研究で確認されている合金層はいずれも Al 含有量が多い金属間化合物が主体であるが、近年、溶融アルミニウムめっき鋼を 900°C 以上で加熱することによって  $\text{FeAl}$  や Al 固溶フェライト相を主体とした Al 含有量の低い合金層の形成が報告されている[37-40]。

一方、Fe-Al 系で金属間化合物の形成を調べた研究として、粉末パック法を用いた研究もわずかながら行われている。カロライジング（粉末パック法）では、粉末中の Al とハロゲン化物を含む拡散剤が反応性気体を作り、素地鋼の表面で Al を析出し拡散浸透する。合金層の制御は粉末の合金化や拡散剤の調整により行われ、比較的 Al 含有量の低い合金層の形成が可能である。合金層に形成される金属間化合物の調査は限られていたが、Bahadur と Mohanty ら[41,42]は、900°C 以上のカロライジングで得られる合金層の一部に  $\text{FeAl}$  や  $\text{Fe}_3\text{Al}$  など(図 1.7)が形成されることを報告している。しかしながら、高温で形成される Al 含有量の低い金属間化合物の形成条件、形成過程については未だ不明である。

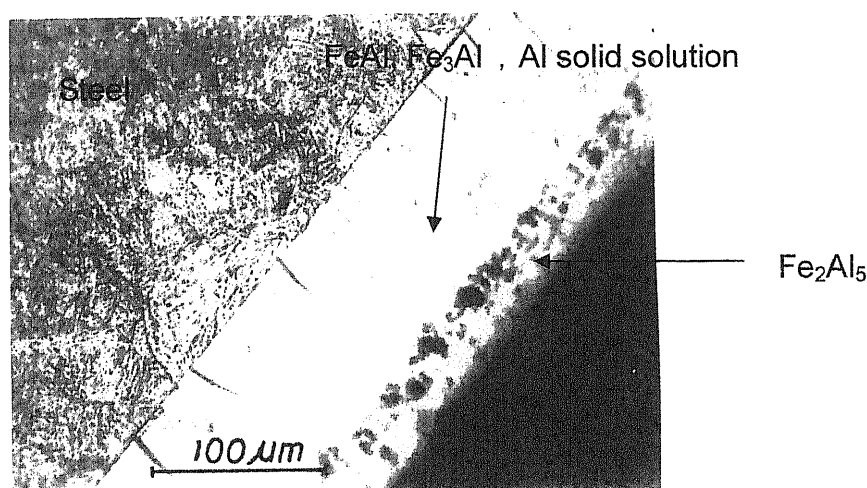


Fig.1.7 Photomicrograph of calorized steel heated at 950°C for 0.5h[41].

### 1.4.2 合金層形成に及ぼす添加元素の影響

前節で述べたように溶融アルミニウムめっきで形成される金属間化合物は脆くアルミナイズド鋼の加工性を著しく低下させる。このため、溶融アルミニウム浴や素地鋼中への添加元素により合金層の成長を抑制することを目的とした研究が中心に行われてきた。合金層の成長を抑制する元素としては、Be, Si, Cu, Ti, Mn などが確認されている[18,43]。このうち、Be が最も効果が大きくめっきの光沢性も得られることが明らかにされている。しかし、現実には Be が高価なため、Si の添加が現在タイプ1の溶融アルミニウムめっき鋼として工業的に最も多く利用されている。

Si の添加によって合金層の厚さが抑制されることは1930年頃 Rohrig[44]によって発見されたが、その抑制機構は現在もなお議論されている。主なものは Si の添加により合金層の溶出または剥がれ落ちが促進されるとする説[26]と合金層中の Al 原子の拡散が添加元素によって抑制されるとする説[22,45]に別れる。前者の原因としては Si 添加でアルミニウム浴の流動性の上昇が考えられる。後者の Al 原子の拡散が抑制される機構として Heumann と Dittrich[26]は前節で述べた  $\text{Fe}_2\text{A}_5$  の c 軸上の Al 原子サイトの空孔が Si によって埋められるためであることを提案している。

一方、アルミニウム浴への添加元素の影響に関する研究は多く行われてきたものの、素地鋼中の合金元素の影響について調べた研究は非常に少ない。一般に素地鋼の炭素含有量が増加するほど合金層は薄くなり鋸歯状の界面は直線的になることが認められている。[28,46-52]その原因は明らかにされていないが、合金層の成長過程で Al は鋼中へセメンタイトを分解させながら拡散するが、Fe-Al 系の金属間化合物が C をほとんど固溶しないため、C は鋼へと押しやられることによるものと考えられている[46]。このため合金層と鋼の界面付近に C の濃化層が存在することが確認されている。さらに、アルミニウムが C と結合し  $\text{Al}_4\text{C}$  や  $\text{Al}_3\text{C}$ 、又は  $\text{Fe}_3\text{AlC}_x$  の化合物を形成することによる影響なども議論されている[45,48,49]。これとは対称的に Tagaya ら[50]は、合金層はアルミニウムめっきの温度範囲で C を 0.11–0.45%程度まで固溶し、C の濃化層はこの固溶限を超えた場合にのみ現

れる事を主張している。この様な議論は最近でも行われているが実験的な証明はされていない。

その他の元素の影響を調べた研究として、熔融アルミニウム中への Fe の溶解現象を調べた Ueda らの報告[46, 53]がある。彼らは C, Si, Mn, Cr, Cr, Ni などの素地鋼中の元素によって合金層の溶出が抑制され、さらに合金層の厚さが減少することを明らかにしている。また、高温環境下で使用されるアルミナイズド鋼中に Ti, Cr, Mn を添加することで合金層中に発生するカーケンドールボイドが抑制されることも確認されている[15,54,55]。

しかし、以上の研究ではめっきの時間や温度範囲、素地鋼の炭素含有量などの条件が異なり、特に Fe-C 系の鋼では炭素含有量、拡散処理の温度範囲では素地鋼の相変態を伴うため、統一的な解釈は得られていない。

### 1.4.3 合金層の成長過程

アルミナイズングでは、Fe と Al の反応相として合金層が形成される。図 1.8 のように反応が生じる前は金属 A と B の界面は 1 枚であるが、それらの金属の間に反応相 ( $\eta$  相) が形成されると界面は新たに 2 枚になり界面エネルギーに変化が生じる。この系の自由エネルギー変化は界面エネルギーの変化と  $\eta$  相生成の駆動力の和として表される[19]。

$$\Delta G = \Delta\gamma + \delta\Delta g \quad (1-1)$$

$$\Delta\gamma = \gamma_{A\eta} + \gamma_{B\eta} - \gamma_{AB} \quad (1-2)$$

ここで  $\Delta\gamma$  は単位面積当たりの界面エネルギー変化、 $\delta$  は反応相の厚さ、 $\gamma_{A\eta}$ 、 $\gamma_{B\eta}$  および  $\gamma_{AB}$  はそれぞれ金属 A と  $\eta$  相との界面、金属 B と反応相との界面および金属 A と金属 B との界面のエネルギーである。また、 $\Delta g$  は単位体積当たりの駆動力 ( $\Delta g < 0$ ) である。 $\Delta\gamma > 0$  の場合には臨界厚さ  $\delta^*$  が存在し、 $\delta^*$  以上の厚さの  $\eta$  相は相として成長できる。(1-1)式において  $\Delta G = 0$  として、 $\delta^*$  を求めると、

$$\delta^* = \frac{\Delta\gamma}{|\Delta g|} \quad (1-3)$$

となる。なお、分母の絶対値は  $\Delta g$  が負となるためである。(1-3)式によれば、臨界厚さ  $\delta^*$  は  $\Delta\gamma$  が大きい程大きく、 $|\Delta g|$  が大きいほど小さくなることになる。ほとんどの場合には3層に分かれることにより界面エネルギーは増加し  $\Delta\gamma > 0$  となり、臨界厚さ  $\delta^*$  が存在する。図 1.9 はこの時の自由エネルギー変化の様子を表している。 $G_A$ 、 $G_B$  および  $G_\eta$  はそれぞれの相の自由エネルギーである。金属 A と B の間に初めて  $\eta$  相が出現する場合、その際の駆動力は  $\Delta g_I$  となる。

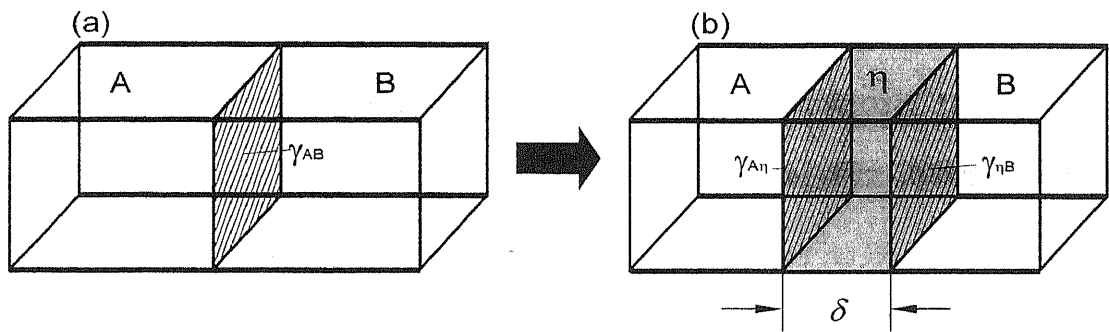


Fig.1.8 Interface of reaction phase[19].

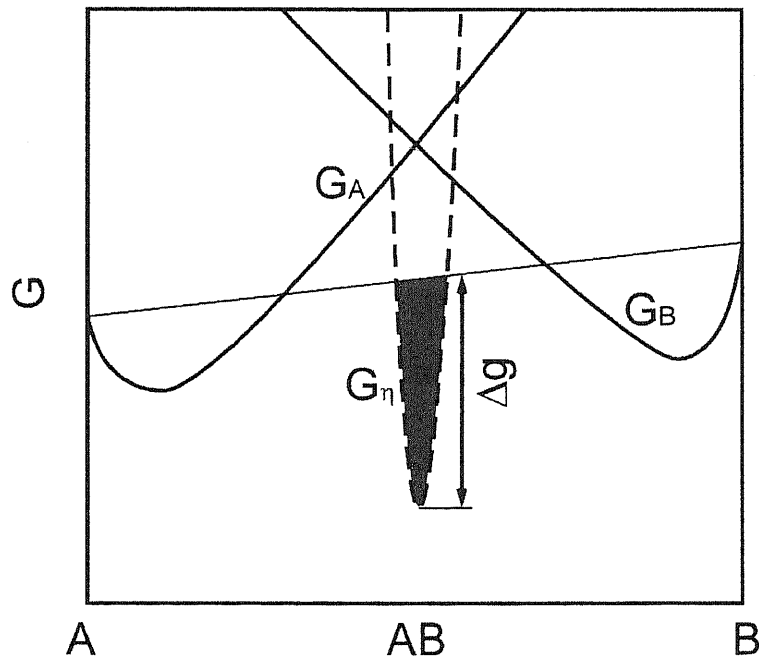


Fig.1.9 Driving force for the formation of reaction phase[19].



次に、状態図上から存在が予測されながら形成されない相について考える。まず、金属 A と金属 B から  $\eta_1$  相が形成される。この関係は図 1.8 および図 1.9 と同様である。この状態でさらに、図 1.10 に示すように金属 A と  $\eta_1$  相の間に  $\eta_2$  相が形成されることを考えると、この時の自由エネルギーの変化は図 1.11 の様になる。すなわち、金属 A と  $\eta_1$  相との間にさらに 2 番目の反応相 ( $\eta_2$  相) が生成する場合、 $\eta_2$  相生成の駆動力は  $\Delta g_2$  となり  $|\Delta g|$  は  $\eta$  相が出現する場合の  $\Delta g_1$  よりも低い。このため、臨界厚さを増加させ、核生成したものは成長しにくくなることになる。このことが相の不出現と重要な関わりをもつと考えられている。

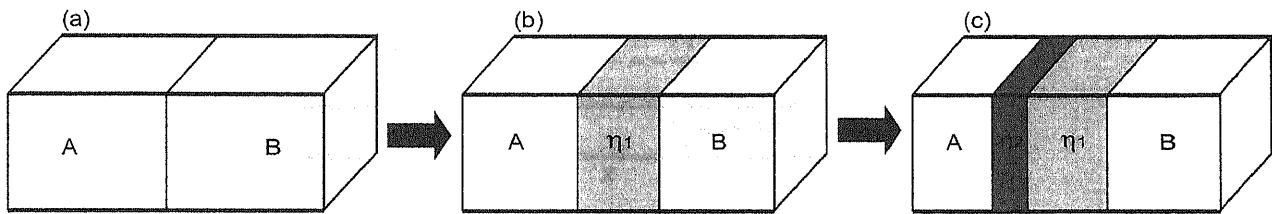


Fig. 1.10 Schematic illustration of the formation of second reaction phase.

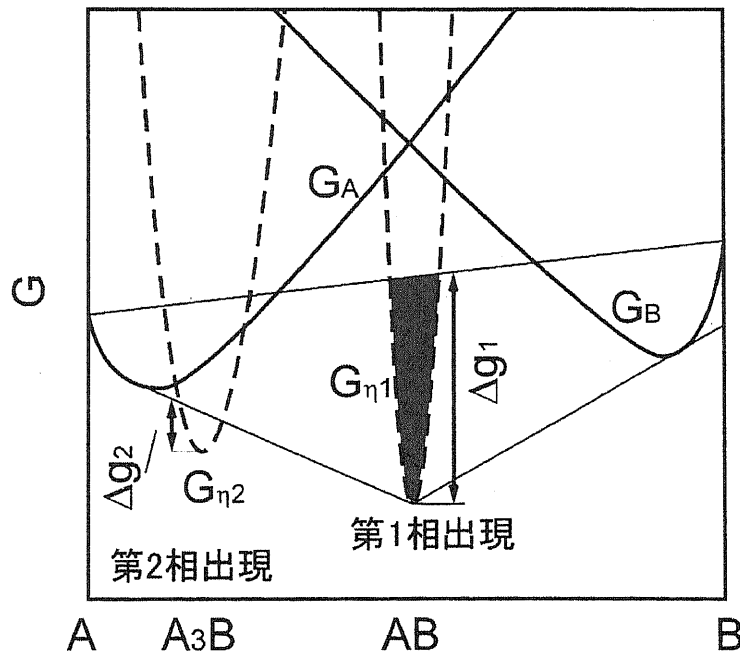


Fig.1.11 Driving force for the formation of second reaction phase[19].

合金層の核が形成されると、拡散による原子の供給を受け核は成長する。このような場合、合金層の成長は放物線則に従う場合が多い。反応拡散における放物線則は Wagfner[56]や Kidson[57]を始めとする多くの研究者等[58-60]によって Fick の第 1 法則を基礎とした解析がおこなわれてきた。

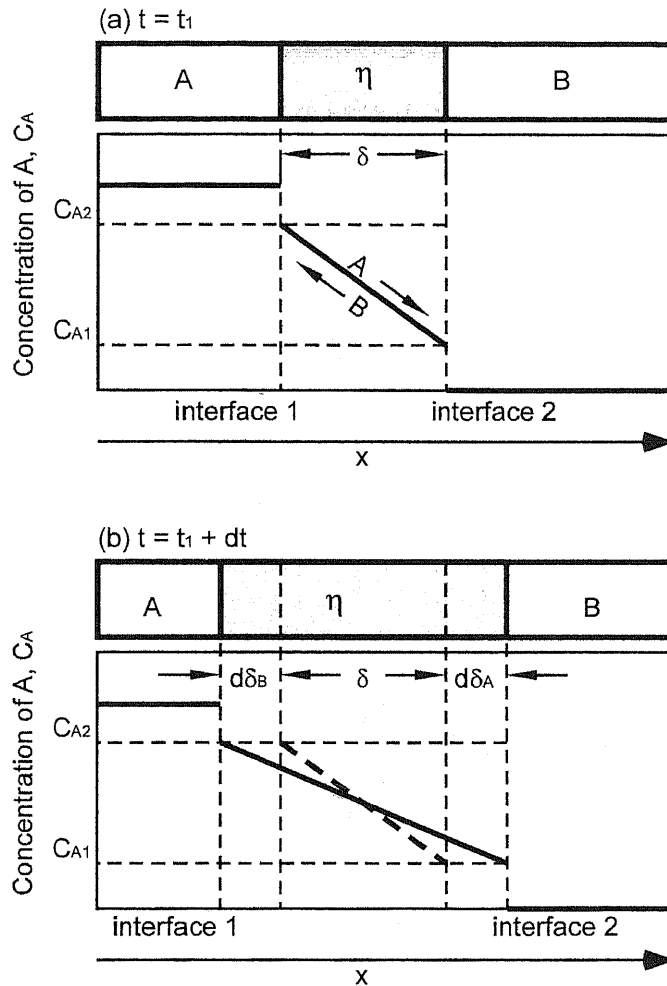


Fig.1.12 Schematic diagram of the growth of alloy layer.

図 1.12 の様に  $\eta$  相/金属 A (界面 1) および金属 B/ $\eta$  相界面(界面 2)の A の濃度が常に状態図上の平衡濃度  $C_{A1}$  および  $C_{A2}$  で一定であり、A 原子の濃度が  $\eta$  相中において直線的に分布している場合 (線形勾配近似) を仮定する。この時には単位時間当たりに  $\eta$  相中を移動する A 原子の数  $j_{A1}$  は次式のように表される。

$$j_A = -D_A \frac{\partial C_A}{\partial x} \quad (1-4)$$

$C_A$ は位置  $x$ における A 原子濃度,  $D_A$ は  $\eta$  相中の A 原子の拡散係数である. また,  $\eta$  相中の  $-\partial C_A / \partial x$  は合金層の厚さ  $\delta$  から

$$\frac{\partial C_A}{\partial x} = \frac{C_{A1} - C_{A2}}{\delta} \quad (1-5)$$

で表される.

上述のように, 金属 B/ $\eta$  相界面での A 濃度が常に  $C_{A2}$  で一定であると仮定すると, 微小時間  $dt$  の間にこの界面が  $d\delta_A$  だけ移動し, この時に界面を通して移動した A 原子の数は  $C_{A2} \cdot d\delta_A$  に等しくなる. 従って  $j_A$  は次式のようになる.

$$j_A = -C_{A2} \frac{d\delta_A}{dt} \quad (1-6)$$

(1-4), (1-5)および(1-6)式より次式が導かれる.

$$\frac{d\delta_A}{dt} = D_{A1} \frac{C_{A2} - C_{A1}}{C_{A2} X} = k_A \frac{1}{\delta_A} \quad (1-7)$$

$$k_A = D_A \frac{C_{A2} - C_{A1}}{C_{A2}} \quad (1-8)$$

さらに, 界面 1 での  $\eta$  相の成長過程においても同様に B 原子の拡散による  $\eta$  相の厚さ変化  $d\delta_B$  および定数  $k_B$  を用いて

$$\frac{d\delta_B}{dt} = k_B \frac{1}{\delta_B} \quad (1-9)$$

$$k_B = D_B \frac{C_{B1} - C_{B2}}{C_{B1}} \quad (1-10)$$

$D_B$ : 合金層中の Fe 原子の拡散係数

$C_{B1}$ : 金属 A/ $\eta$  相界面における  $\eta$  相中の B 濃度

$C_{B2}$ :  $\eta$  相/金属 B 界面の B 濃度

で表される. 従って A 原子および B 原子の相互拡散による  $\eta$  相の成長速度は次式のようになる.

$$\frac{d\delta}{dt} = (k_A + k_B) \frac{1}{\delta} \quad (1-11)$$

(1-11)式より  $t=0$  で  $\delta=0$  の初期条件から  $\eta$  相の厚さ  $\delta$  は、

$$\delta^2 = 2(k_A + k_B)t \quad (1-12)$$

$$\delta = \sqrt{kt} \quad (k : \text{定数}) \quad (1-13)$$

と表される。なお、

$$k = 2 \left( D_A \frac{C_{A2} - C_{A1}}{C_{A2}} + D_B \frac{C_{B1} - C_{B2}}{C_{B1}} \right) \quad (1-14)$$

である。このことから、合金層の厚さは時間の  $1/2$  乗に比例して放物線則で成長することが導かれる。また、定数  $k$  は相成長係数または速度定数と呼ばれる。また、 $k$  は拡散係数  $D$  と同様にアレニウスタイプの温度依存性を示し、

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{E_A}{RT}\right) \quad (1-15)$$

で表される。活性化エネルギー  $E_A$  と振動数因子  $k_0$  の物理的な意味は曖昧だが、 $E_A$  の値は直感的に Fe 原子と Al 原子が合金層中を拡散し鋼/合金層界面および合金層/溶融アルミニウム界面で反応し、新たな合金層を形成させるための活性化エネルギーと解釈できる。このため、アルミナイジング中の合金層成長の考察によく用いられる[51,63,64]。

アルミナイジングにおける拡散過程の最初の理論的な研究は純鉄に対して溶融アルミニウムめっきを行った Heumann と Dittirich[28]によるものであり、合金層の厚さと浸漬時間の関係が放物線則に一致することを確認している。放物線則成長はその他の研究者等[61,62]によって認められているが、正確には一致しない場合も多く報告されている[63,64]。一般的に、成長速度はめっき拡散時間が小さい場合には正の方向にずれ、拡散時間が長い場合には負の方向にずれる。正の方向へのずれの原因は現在も明らかではないが、浸漬時間が短い場合には形成された合金層の結晶粒径が微細なため、粒界拡散が寄与するものと考えられている。一方、負の方向へのずれは当初、溶融アルミニウムめっき中に合金層が

剥がれ落ちることが原因であることが Denner と Jones ら[30]によって提案されたが、Yeremenko ら[65]は合金層が溶融アルミニウム浴へ溶出するためであることを理論的なモデルを基に見出している。このモデルは放物線則と合金層のアルミニウム浴への溶出を合わせたものであり次のような式から解析を行っている。

$$\frac{d\delta}{dt} = k \frac{1}{\delta} - b \exp(-at) \quad (1-16)$$

$s$ : 素地鋼の表面積  
 $v$ : アルミニウム浴の容積

$$a = \frac{k_d s}{v}; b = \frac{c_s k_d}{\rho_{\text{int}} \phi} \quad (1-17)$$

$c_s$ : アルミニウム浴中の Fe飽和濃度  
 $\rho_{\text{int}}$ : 合金層の密度  
 $\phi$ : 合金層中の Fe濃度

$$c = c_s [1 - \exp(-at)] \quad (1-18)$$

(1-16)式の第2項は合金層の溶出による項であり、(1-18)式の Nernst-Brunner の式[66]から導かれる。アルミニウム浴の容積  $v$  が素地鋼の表面積に対して十分に大きい場合 ( $s/v \approx 0$ )、(1-16)式は近似的に

$$\frac{d\delta}{dt} = k \frac{1}{\delta} - b \quad (1-19)$$

で表される。従って、合金層が浸漬中に溶融アルミニウム浴へ溶出する場合、合金層の厚さと浸漬時間の関係は放物線則より負の方向へずれることがわかる。

### 1.5 本研究の目的

アルミナイジングに関する研究は、工業的な需要から 1950 年以降活発に行われてきた。しかしながら、通常の処理で形成される合金層は Al 含有量が多く脆い金属間化合物であるため、従来は添加元素や拡散条件によって合金層の成長を抑制することで加工性の向上が図られてきた。このため、耐食性の改善には一定の効果が得られてきたが、適用範囲は限られたものであった。一方、FeAl や Fe<sub>3</sub>Al 等の金属間化合物は単体でも構造材料としての実用が期待されているにもかかわらず、アルミナイジングによるこれらの金属間化合物の



形成を目的とした研究はほとんど行われてこなかった。また、1.4節でも述べたようにカラライジングでは、これらの金属間化合物の形成が確認されているもののその形成条件、形成過程については十分に理解されていない。

そこで、本研究ではまず、熔融アルミニウムめっきおよび後処理として拡散処理を行うことで形成される金属間化合物を系統的に調べ、その形成過程を温度、時間等の拡散条件および素地鋼の炭素含有量などの因子から検討することを目的とした。さらに、得られた結果を基に Al 含有量の低い合金層を形成させる新たなアルミナイジングを開発し、この手法で得られたアルミナイズド鋼および合金層の摩耗特性と併に製造段階で必要になる機械加工特性を評価することで適用範囲拡大の可能性を検討することを目的とした。

### 1.6 本論文の構成

本論文は以下の7章で構成されている。

第1章では、現在工業的に行われているアルミナイジングの手法およびアルミナイジングに関する過去の研究について概観した上で、本研究の目的について述べた。

第2章では、熔融アルミニウムめっき中に形成される合金層について調査し、合金層の成長と素地鋼の炭素含有量との関係、熔融アルミニウムめっきによる Al 含有量の低い合金層形成の可能性について検討し、熔融アルミニウムめっき中には合金層として常に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  が形成され、素地鋼の炭素含有量が高くなるほど合金層が薄くなることを明らかにした。

第3章では、熔融アルミニウムめっき後の拡散処理によって形成される合金層を調査し、 $\text{FeAl}$ 、Al 固溶フェライト層等の Al 含有量の低い合金層が形成されることを確認した。さらに、鋼材にアルミニウム箔を接合した状態から Al を拡散させる「箔アルミナイジング法」を新たに提案した。この方法では、Al 拡散量の制御が可能であることから、Al 含有量の低い合金層が熔融アルミニウムめっきを用いた場合に比べて短時間の拡散で得られることが分かった。

第4章では、第2章までの結果を基に Al 含有量の低い合金層を形成させたアルミナイズ

## 第1章 緒論

ド鋼を作製し、耐摩耗性の評価を行った。さらに、合金層を構成する金属間化合物単体の摩耗特性を調べ、Al含有量の低い合金層は優れた耐摩耗性を示すことを明らかにした。

第5章では、アルミナイズド鋼の新たな利用法として機械用部品を想定し、製造工程で必要となる切削加工に注目し、被削性を調査した。その結果、アルミナイズド鋼は仕上げ面粗さが小さく高い加工精度が期待できるが、切削速度が速い場合に著しい工具摩耗が生ずることが分かった。しかし、現状の超硬工具でも切削速度を抑えれば加工は可能であることを示した。

第6章では、アルミナイズド鋼切削加工時の現象をさらに理解するため合金層に形成された化合物単体の切削加工特性について調べ、化合物中のAl含有量と工具摩耗との関係、工具の摩耗機構について議論を行った。第7章は以上の結果を総括し、得られた結論および今後の展望について述べる。

第1章の文献

- [1] 村山宏, 大柳康, 谷岡明彦 他: 複合化と材料, 日本材料化学会編, (1993)1.
- [2] 上田重朋: ドライブレーティング, 槇書店, (1989)1.
- [3] 若松良徳, 大西正巳: 鉄と鋼, 64(1987)2216.
- [4] 桐原聡秀: 軽金属, 49(1999)459.
- [5] U.R.Kattner and T.B.Massalski, P.R. Subramanian, L.Kacpzak: Binary Alloy Phase Diagrams, ASM International, Material Park, OH, (1990)148.
- [6] O.A.バニフ, 江南和幸, 長崎誠三, 西脇醇: 鉄合金状態図集, アグネ技術センター, (2001)3.
- [7] K.Vedula: Structural Applications of Intermetallic Compounds, Edit by J.H.Westbrool and R.L.Fleicher, (2000)179.
- [8] B. K. Kad, S. E. Schoenfeld, R. J. Asaro, C. G. Mckamey and V. K. Sikka: Acta Mater., 45(1997)1333.
- [9] D.K.Chatterjee, M.G.Mendiratta: J.Metall., 33(1981)5.
- [10] M.A.Crimp, K.Vedula: Mater. Sci. Eng., A78(1986)193.
- [11] J.Herrman, G.Inden, G.Sauthoff: Acta Mater., 51(2003)3233.
- [12] 上田重朋: ドライブレーティング, 槇書店, (1989)1.
- [13] 伊佐重輝: 防蝕技術, 21(1970)295.
- [14] 松塚健二: 鉄と鋼, 72(1986)891.
- [15] 大和康二, 西山記念講座 講義資料, 日本鉄鋼協会, (1989)28.
- [16] 鷲山勝: ふえらむ, 9(2004)367.
- [17] 市田敏郎: ふえらむ, 1(1996)60.
- [18] D.O.Gittings, D.H. Rowland and J.O.Mack: Trans. A.S.M., 43(1951)587.
- [19] 南埜宜俊, 辻伸泰, 小泉雄一郎: 金属学会セミナー・テキスト 先端材料における拡散; 合金の相互拡散 反応拡散, 日本金属学会, (2002)21.

- [20] 上田重朋：ドライプレーティング，槓書店，(1989)34.
- [21] E.Gebhardt, W.Obrowski: Z.Metallkunde, 44(1953)154.
- [22] G.Eggler, W.Auer, H.Kaesche: Z. Metallkunde, 77(1986)239.
- [23] A.Bahadur, O.N.Mohanty: Metal. Trans.JIM, 22(1991)1053.
- [24] 森永卓一，加藤良雄，小林義一：軽金属，13(1963)362.
- [25] H.J.Lamb, M.J.Wheeler: J. Inst. Met., 92(1963-1964)150.
- [26] H.Hewmann, S.Dittrich: Z. Metallkunde, 50(1959)617.
- [27] 多賀谷正義，伊佐重輝，康忠熙：軽金属，9(1958)120.
- [28] G. Gurtler, K.Sagel: Z.Mrallkd., 46(1955)738.
- [29] S.G.Denner, R.D.Jones: Met.Technol., 4(1977)167.
- [30] K.Nishida, T.Narita : Trans. JIM, 14(1973)431.
- [31] S.C.Kwon, J.Y.Lee: Met. Technol., 8(1981)373.
- [32] 幸田康成，諸住正太郎，金井章：日本金属学会誌，26(1962)764.
- [33] G.M.Bedford and J.Boustead: Met.Technol., 1(1974)233.
- [34] 及川初彦，斉藤亨，永瀬隆夫，初山忠夫：鉄と鋼，83(1997)641.
- [35] H.R.Shaverdi, M.R.Ghomashchi, S.Shabestari, J.Hejazi: Mater. Proc. Technol., 124(2004)345.
- [36] P.Fellner, M.Chrenkova-Pauirova, K.Matilasovsky: Surf. Technol., 8(1979)501.
- [37] A.Mohanty and O.N.Mohanty: Mater. Trans. JIM, 31(1990)948.
- [38] S.Kobayashi, T.Yakou: Mater. Sci. Eng., A338(2002)44.
- [39] Y.-J.Li, J.Wang, X.Holly: Mater. Sci. Technol., 19(2003)657.
- [40] M.Suehiro, J.Maki, K.Kusumi, M.Ohgami, T. Miyakoshi: Nippon Steel Technical Report, 88(2003)16.
- [41] A.Mohanty and O.N.Mohanty: Mater. Trans. JIM, 31(1990)948.
- [42] A.Mohanty and O.N.Mohanty: Mater. Trans. JIM, 32(1991)1053.

- [43] G.Eggler, W.Auer, H.Kaesche: *J.Mater.Sci.*, 21(1986)3348.
- [44] H.Rohrig: *Z.Metallkd.*, 26(1934)87.
- [45] S.G.Denner, R.D.Jones, R.J.Thomas: *ISIJ Int.* (1975)241.
- [46] 上田倅完, 新家光雄: 日本金属学会誌, 42(1978)53.
- [47] 上田倅完, 新家光雄, 遠山直人: 鑄物, 48(1976)435.
- [48] L.J.Hutter, H.H.Stadelmaier, A.C.Traker, R.G.Hardy: *Z. Metallkd.*, 50(1959)625.
- [49] 小松登, 中村元志, 藤田浩紀: 軽金属, 18(1968)467.
- [50] : 多賀谷正義, 伊佐重輝, 谷余士雄: 金属表面技術, 10(1959)363.
- [51] R.W.Richards, R.D.Jonse, P.D.Clements, H.Clarke: *Int. Mater. Rev.*, 39(1994)191.
- [52] D.M.Dovey, A.Walski: *Metallurgia*, (1963)211.
- [53] M.Niinomi, Y.Ueda, M.Sano: *Mater. Trans. JIM*, 23(1982)780.
- [54] 多賀谷正義, 伊佐重輝: 金属表面技術, 6(1955)216.
- [55] 樋口征順, 麻川健一, 大森隆之, 藤永実, 山本二三夫, 丸田昭憲: 製鉄研究, 320(1986)8.
- [56] C.Wagfner: *Acta Metall.*, 17(1969)99.
- [57] G.V.Kidson: *J.Nucl.Mater.*, 3(1961)21.
- [58] V.I.Dybkov: *J.Mater.Sci*, 21(1986)3078.
- [59] V.I.Dybkov: *J.Mater.Sci*, 21(1986)3085.
- [60] M.Kajihara, *Acta Mater.*, 52(2004)1193.
- [61] A.Bouayad, C.Gerometta, A.Belkebir, A.Ambari: *Mater. Sci. Eng. A363*(2003)53.
- [62] K.Bouche, F.Babier, A.Coulet: *Mater.Sci.Eng.*, A249(1998)167.
- [63] N.A.El-Mahallawy, M.A.Taha, M.A.Shady, A.R.El-Sissi, A.N.Attia, W.Reif: *Mater. Sci. Technol.* 13(1997)832.
- [64] C.V.Li and G.W.Powell: *Acta Metall.*, 33(1985)23.
- [65] V.N.Yeremenko, V.N.Natanzon, V.I.Dybkov: *J. Mater. Sci.*, 16(1981)1748.
- [66] E. Brunner: *Z. Phys. Chem.*, 47(1904)56.

## 第2章 溶融アルミニウムめっき中における合金層形成

### 2.1 緒言

溶融アルミニウムめっきでは鋼と溶融アルミニウムの反応拡散によって鋼/アルミニウム界面に合金層が形成される [1-11]. この合金層は第1章で示した様に主に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  (750HV-1000HV[9-11]) のような Al 含有量の多い金属間化合物からなる層である.

合金層の厚さは溶融アルミニウム浴中への浸漬の温度や時間, 溶融アルミニウム浴の組成および素地鋼中の合金元素などの因子に依存し, Si, Cu および Be などをアルミニウム浴中に添加することで合金層の厚さが減少する [9-11].

一方, 粉末パック方において  $\text{Fe}_3\text{Al}$  や  $\text{FeAl}$  のような Al 含有量の低い金属間化合物の形成が確認されているのは,  $900^\circ\text{C}$  以上の温度範囲であるが [12-15], 工業的な溶融アルミニウムめっきは純アルミニウム浴を用いたタイプ 2 の場合においても通常  $700\text{-}800^\circ\text{C}$  の範囲で行われることもあり,  $800^\circ\text{C}$  以上の温度における溶融アルミニウムめっき中に形成される合金層を調べた研究はほとんどない.

また, 合金層の成長機構について調べた研究 [16-20] の多くは純鉄や炭素含有量が 0.25% 以下の低炭素鋼の場合に限られてきた. 素地鋼中の元素の影響を調べた研究としては, C, Si, Mn, Cr, Ni などの素地鋼中の元素について調べた Ueda らの報告 [21-22] があるが, Fe-C 系合金では炭素濃度によって素地鋼の組織が大きく異なるため, 炭素濃度の影響にはまだ不明な点が多い.

以上のような理由から, 本研究では, 溶融アルミニウムめっきによる Al 含有量の低い金属間化合物形成の可能性および溶融アルミニウムと鋼の反応拡散に及ぼすめっき浴温度および素地鋼中の炭素の影響について検討した.

## 2.2 実験方法

アルミニウムめっきの素地鋼として表 2.1 に示すような炭素含有量がそれぞれ 0.05mass%, 0.45mass%, および 0.88mass%の炭素鋼を用いた。これらの炭素鋼を以後それぞれ 0.05C-steel, 0.45C-steel, および 0.88C-steel と呼ぶことにする。めっき用試験片はこれらの炭素鋼を 25mm × 50mm × 2mm の形状に切り出し 25mm × 50mm の表面を #320 (平均砥粒径 48 $\mu$ m) の研磨紙で研磨し試験片とした。

溶融アルミニウムめっきはフラックスや添加元素を含まない純アルミニウム浴を用いた。純度 99.7%工業用純アルミニウムを黒鉛坩堝中 (内容積: 3.0 $\times 10^{-3}$ m<sup>3</sup>) で溶解させ、脱脂した試験片をそれぞれ溶融アルミニウム浴中に浸漬時間  $t=10$ s, 300s, 600s, 1800s および 3600s で浸漬した後、空冷した。アルミニウム浴の温度  $t_D$  は 700°C から 950°C の範囲であった。試験片のめっき膜に形成された合金層を観察するために、試験片を切断し、切断面を研磨した後 5%硝酸アルコールでエッチングを行った。

ここで、アルミニウム浴温度が 900°C 以上の場合には、浸漬時間が 1800s 以上になると試験片が全てアルミニウム浴へと溶出し、合金層の観察が不可能であったために、アルミニウム浴温度が 900°C 以上の場合については、浸漬時間を 300s 以内の範囲について検討を行った。

Table 2.1 Chemical composition of the steels in the experiment. (mass %)

Steel No.	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.05C - steel	0.05	0.21	0.28	0.021	0.006	0.01	0.02
0.45C - steel	0.45	0.19	0.71	0.017	0.027	0.06	0.14
0.88C - steel	0.88	0.32	0.46	0.013	0.001	0.05	0.11

## 2.3 実験結果

### 2.3.1 溶融アルミニウムめっきによって形成される合金層

図 2.1 に浸漬温度  $T_D$  が  $850^\circ\text{C}$  以下で溶融アルミニウムめっきを行った 0.05C-steel の断面写真を示す。表面のアルミニウムと素地鋼との間には合金層が形成され、合金層/鋼界面は鋸歯状を呈している。図 2.2 は 0.45C-steel の断面写真である。鋼/合金層界面は 0.05C-steel の場合よりも滑らかになっている。また、炭素濃度が最も高い 0.88C-steel(図 2.3)では鋼/合金層の界面はさらに直線的である。

これら合金層に形成された化合物を同定するため、試験片の表面から合金層中央部までを研磨によって除去し、研磨された表面を X 線ディフラクトメータ (XRD) によって解析した。その結果を図 2.4 に示す。図 2.4(a)および(b)はそれぞれ  $T_D=700^\circ\text{C}$ ,  $t=1800\text{s}$  および  $T_D=850^\circ\text{C}$ ,  $t=1800\text{s}$  の場合の結果である。いずれの浸漬温度の場合にも金属間化合物  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  が形成されていることが分かる。また、図 2.4(c)–(f)は S45C および SK5 に形成された合金層について同様の X 線解析を行った結果である。この場合にも合金層は  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  単相あることが確認できる。このことから、浸漬温度が  $700^\circ\text{C}$  から  $850^\circ\text{C}$  の範囲で溶融アルミニウムめっきを行った材料の合金層はすべて  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の単相であることがわかる。溶融アルミニウムめっきでは、アルミニウム/合金層界面付近に  $\text{FeAl}_3$  が形成されることが報告されているが、断面写真および X 線回折からは確認できなかった。

一方、図 2.5–図 2.7 は  $900^\circ\text{C}$  以上で溶融アルミニウムめっきを行った時の結果である。この場合にも、 $700^\circ\text{C}$  から  $850^\circ\text{C}$  の場合と同様に鋸歯状界面の  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が形成されている。粉末パック方や、アルミニウムめっき鋼を  $900^\circ\text{C}$  以上で加熱した場合には、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  と素地鋼の界面に  $\text{Fe}_3\text{Al}$  や  $\text{FeAl}$  層の形成が確認されているが、溶融アルミニウムめっきではこれらの層は全く確認できない。

以上の結果から、溶融アルミニウムめっきによって 0.05C-steel, 0.45C-steel および 0.88C-steel に形成される被膜は全て表面のアルミニウム層および  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の 2 層で構成されていることがわかった。



## 2.3.2 熔融アルミニウムめっき中における合金層の厚さと浸漬時間の関係

図 2.1—図 2.3 および図 2.5—図 2.7 では、それぞれの試験片の表面に存在するアルミニウム層の厚さが大きく異なっている。このため、熔融めっき条件が試験片のアルミニウム層の厚さに及ぼす影響について調べた。図 2.8 は試験片の断面を広範囲で観察したものである。アルミニウム層の厚さは同一試験片内でおおよそ 2 倍以上変化していることが分かる。アルミニウム層の厚さは試験片を引き上げるときの熔融アルミニウム浴の状態や引き上げる速度に影響を受けている可能性がある。しかし、合金層の厚さは試験片内ではほぼ一定である。このことから、合金層の厚さに対しては、引き上げ速度の影響はほとんど無いことが分かる。めっき浴の温度が比較的低い場合には、めっき時間が長くなるほど、アルミニウム層は厚くなる傾向が認められる。さらに、この傾向は素地鋼の炭素含有量が多くなるほど顕著である。

第 1 章で述べたように、合金層が拡散律速過程に従い成長することを仮定した場合、合金層厚さと浸漬時間  $t^{1/2}$  の間には比例関係が成立する。そこで、本研究の結果についても同様の検討を行う。

図 2.9(a)–(c) に各試験片の界面に形成された合金層の厚さの平均値  $\delta$  と浸漬時間  $t^{1/2}$  の関係を示す。図 2.9(a) の 0.05C-steel の場合、 $800^{\circ}\text{C}$  以下では  $\delta$  は  $t^{1/2}$  に比例して増加している。しかし、 $850^{\circ}\text{C}$  以上では  $t$  がある値を超えると  $\delta$  は減少している。また  $\delta$  が減少する傾向は  $T_D$  が高い場合の方が著しくなっている。このような比例関係からのずれは浸漬温度が高くなると合金層がアルミニウム浴中へ溶出するためであることが Yeremenko らによって理論的に説明されている[15]。本実験の場合にも、浸漬温度が高い場合、試験片のめっき浴側への溶出量が増加していると考えられる。

炭素含有量がさらに多い 0.45C-steel, 0.88C-steel (図 2.9(b),(c)) では、0.05C-steel よりも高温、長時間まで比例関係が成立している。すなわち、素地材の炭素濃度が高くなるほど合金層溶出量は減少していることがわかる。しかし、浸漬温度が  $900^{\circ}\text{C}$  以上を超えると、炭素量が最も多い 0.88C-steel においても合金層の厚さ  $\delta$  は浸漬時間が 300s 以内で減

少している。

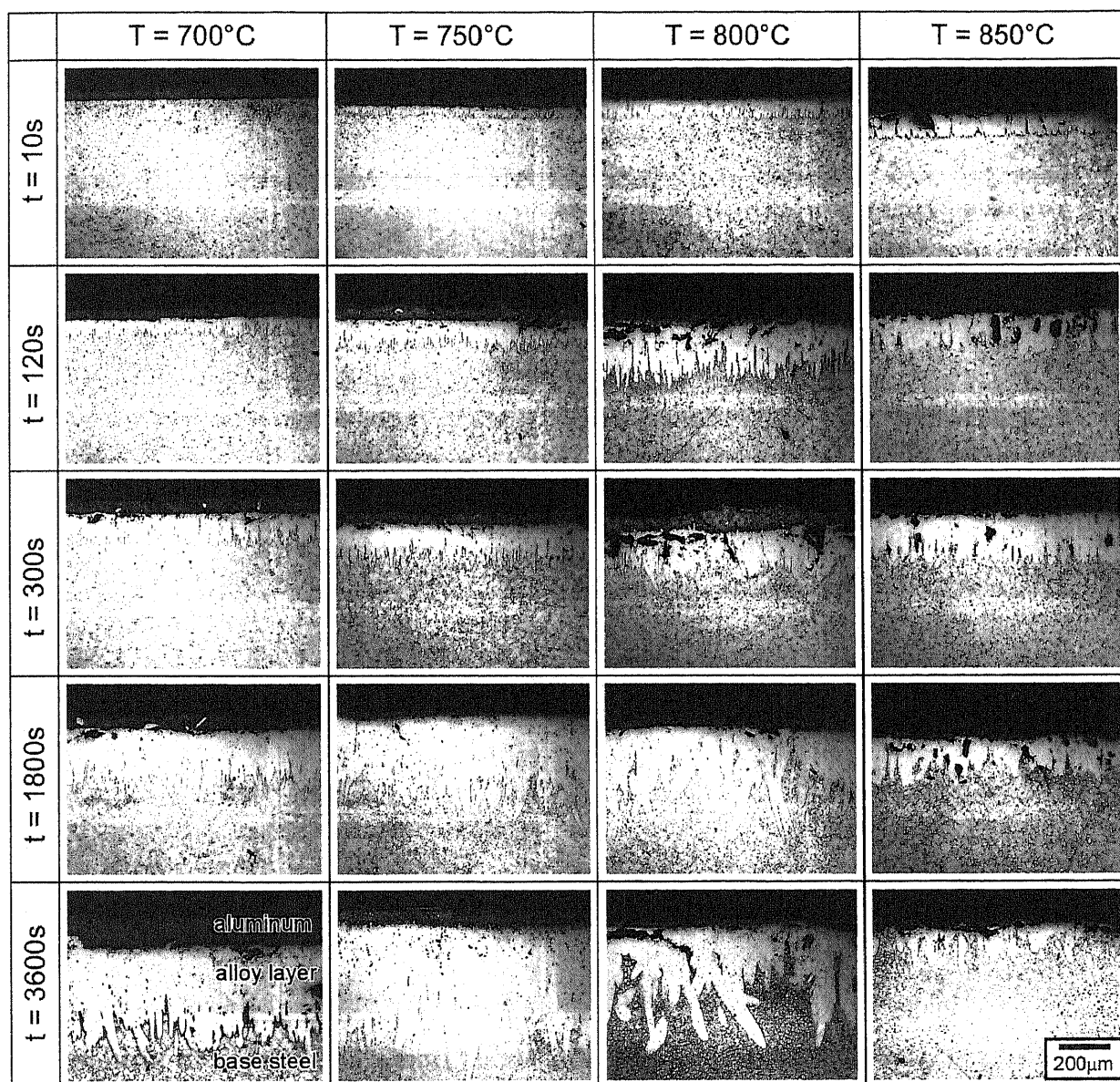


Fig.2.1 Cross-sectional micrographs of 0.05C-steel specimens immersed in molten aluminum at temperatures ranging from 700 up to 850°C.

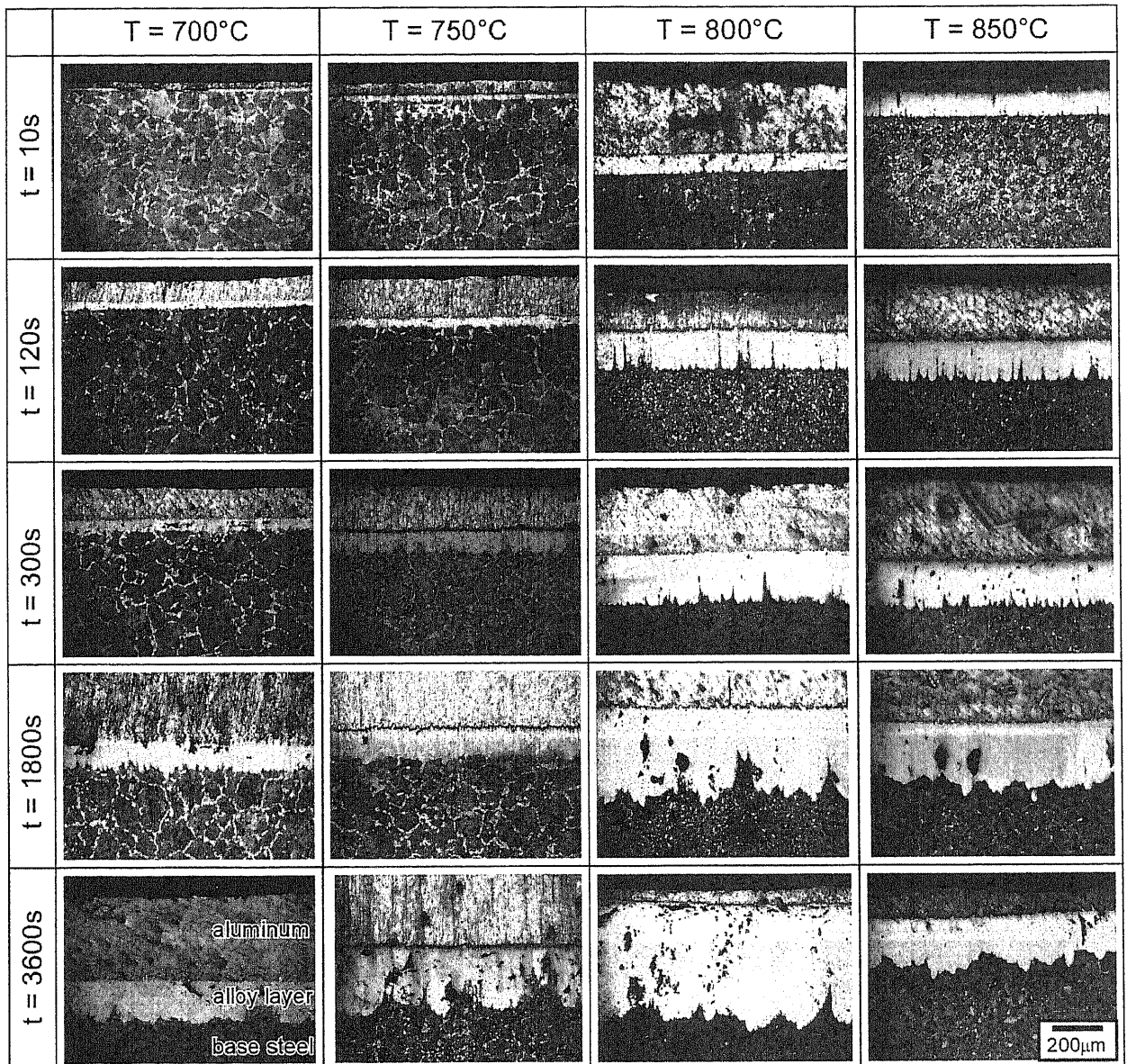


Fig.2.2 Cross-sectional micrographs of 0.45C-steels immersed in molten aluminum in the temperature range of 700 to 850°C.

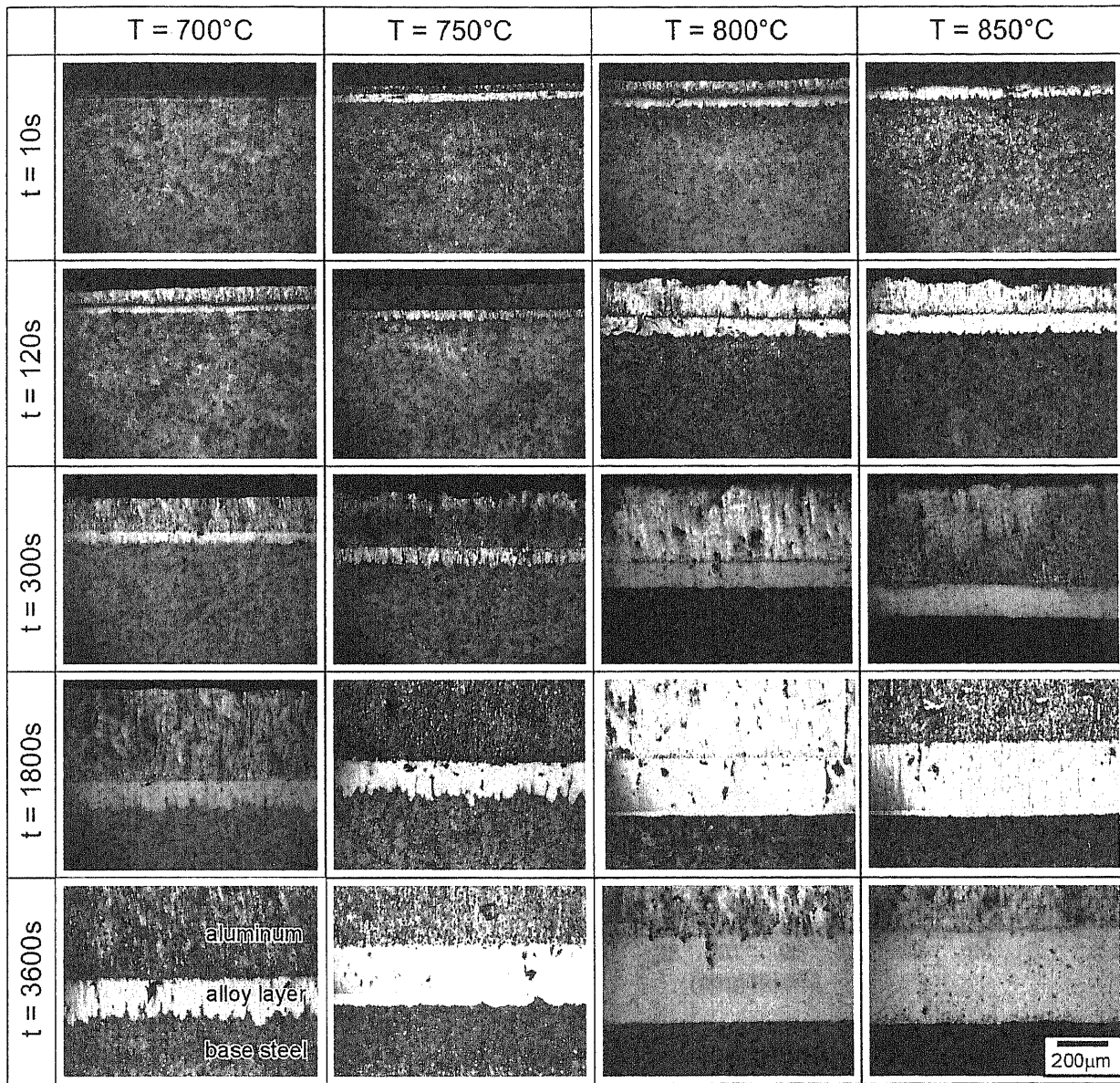


Fig.2.3 Cross-sectional micrographs of 0.88C-steels immersed in molten aluminum in the temperature range of 700 to 850°C.

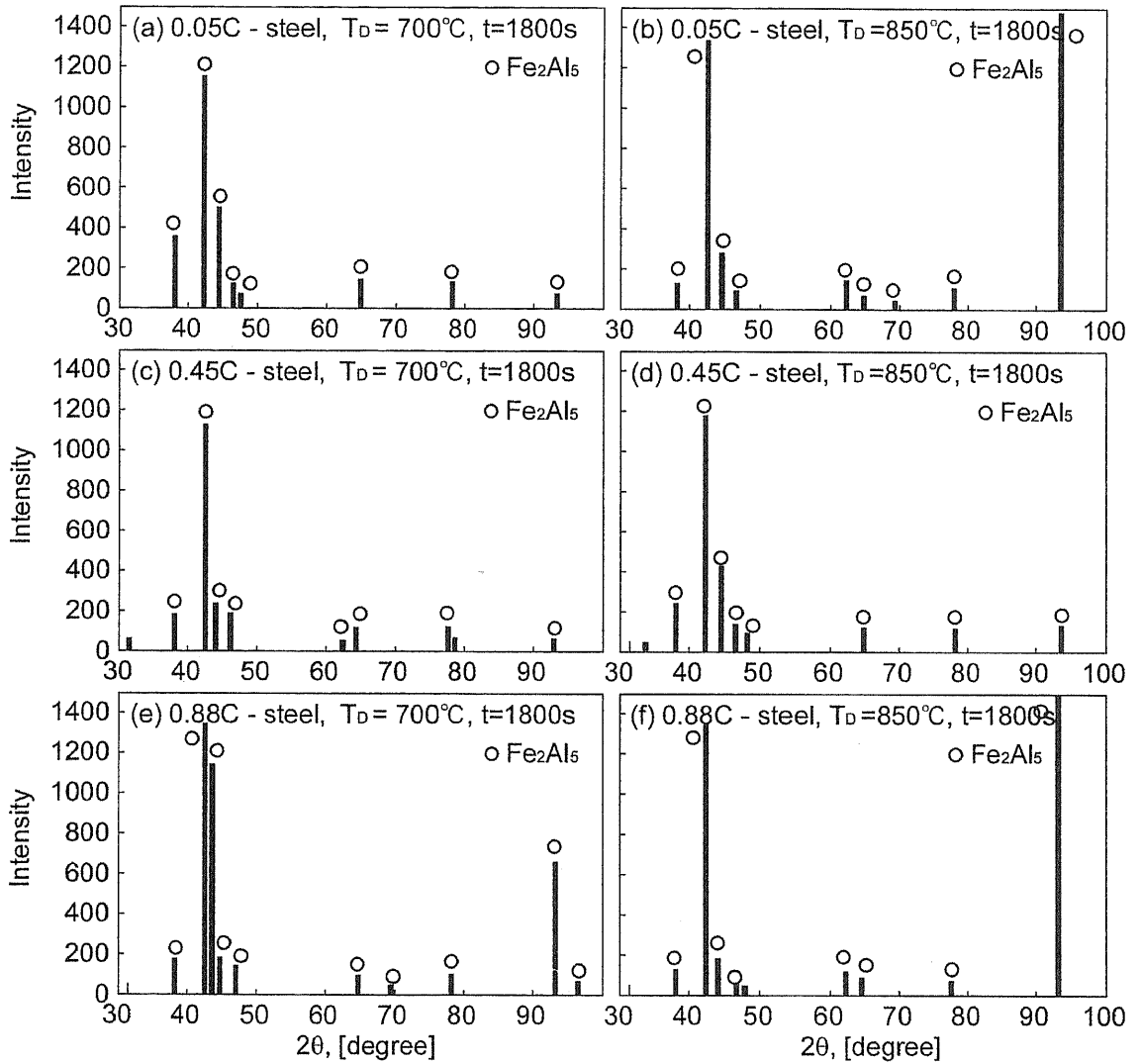


Fig.2.4 X-ray diffraction data for the alloy layers of the hot-dip aluminum-coated steel specimens. The open circle symbol indicate diffraction peaks for Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>.



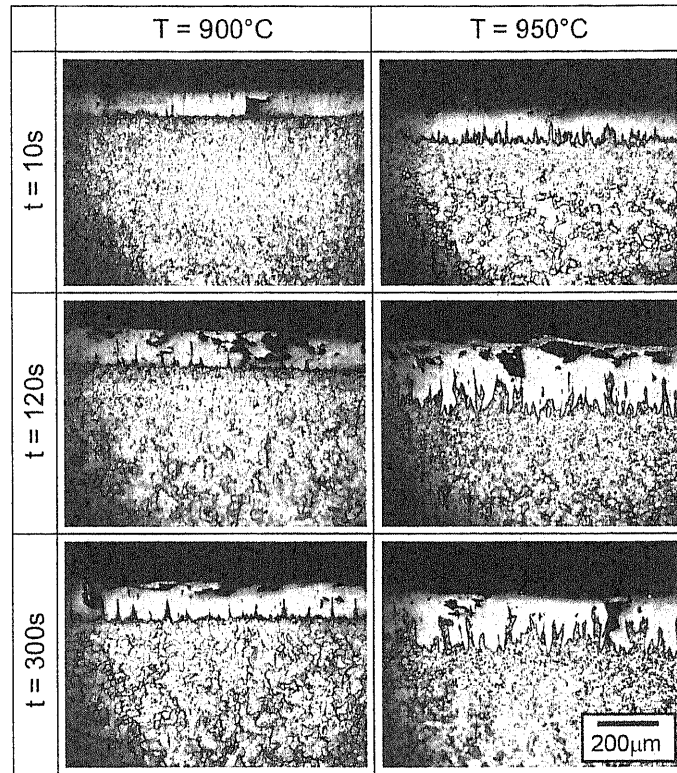


Fig.2.5 Cross-sectional micrographs of 0.05C-steels immersed in molten aluminum in the temperature above 900°C.

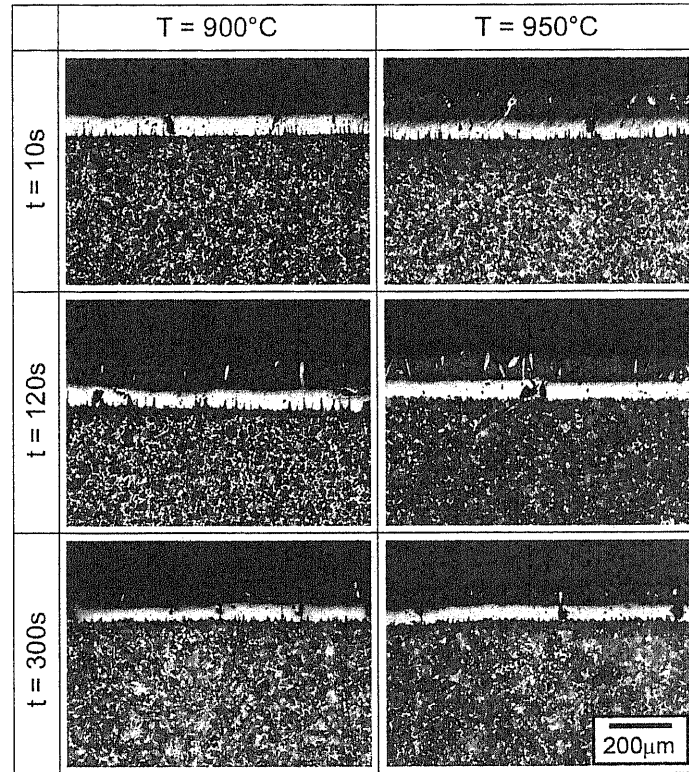


Fig2.6 Cross-sectional micrographs of 0.45C-steels immersed in molten aluminum in the temperature above 900°C.

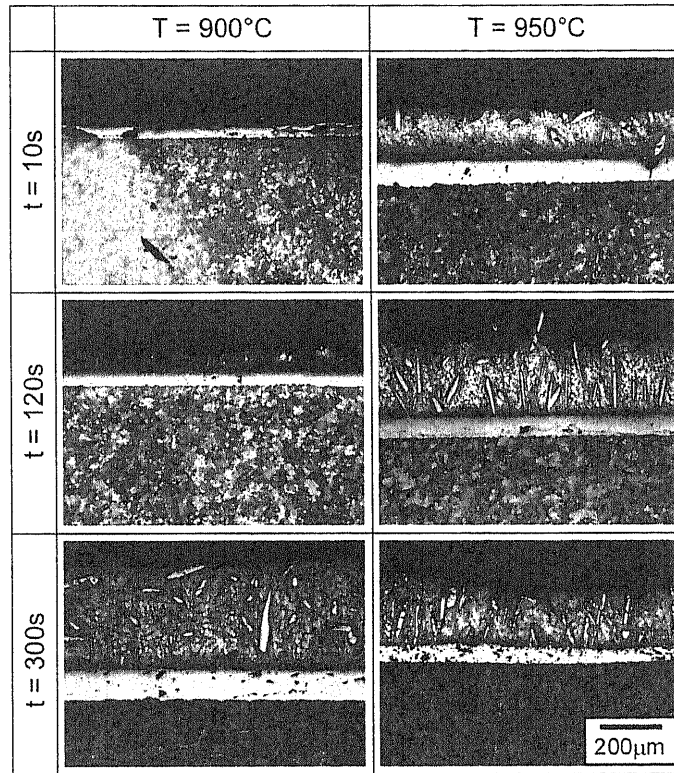


Fig.2.7 Cross-sectional micrographs of 0.88C-steels immersed in molten aluminum in the temperature above 900°C.





Fig.2.8 Cross-sectional micrograph in wide range of 0.05C-steel immersed at 700°C for 3600s.

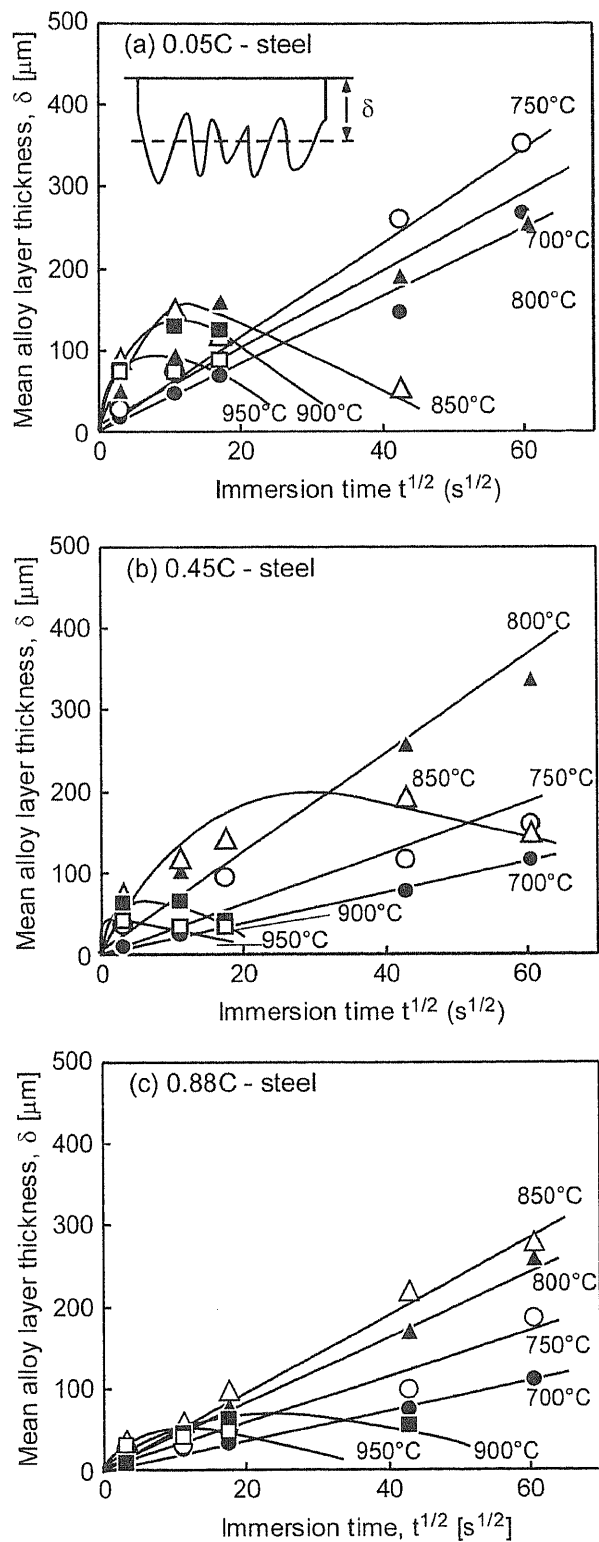


Fig.2.9 Thickness of the alloy layer,  $\delta$ , formed by the hot-dip aluminizing treatment plotted as a function of the square root of the immersion time,  $t^{1/2}$ , for the various steel specimens: (a) 0.05C-steel, (b) 0.45C-steel, and (c) 0.88C-steel.

## 2.4 考察

### 2.4.1 速度定数 $k$ に及ぼす素地鋼の炭素濃度の影響

第1章で述べたとおり、(1-13)式より、図2.9における直線の傾きは反応速度定数  $k$  に相当する。図2.10に図2.9から求めた直線の傾き  $k$  のアレニウス・プロットを示す。図2.9において浸漬温度が  $850^{\circ}\text{C}$  以下の場合には、合金層の溶出の影響が小さい合金層の厚さ  $\delta$  が最大値を取る時間前の範囲ではほぼ直線で近似できる。また図中に工業用純鉄 ( $0.01\text{mass}\%\text{C}$ )、Fe- $2\text{mass}\%\text{C}$  (Fe-2C) および Fe- $3\text{mass}\%\text{C}$  (Fe-3C) を熔融アルミニウム中 (純度  $99.8\%$ ) し浸漬した Ueda らの結果[21]を用いて算出した  $k$  を示した。

いずれの材料においても、 $\ln k$  の値は  $1/T$  に対してほぼ直線関係が成立している。また、直線の傾きより求まる反応の活性化エネルギー  $E_A$  の値はおよそ  $140-160\text{kJ/mol}$  で Ueda らの値ともほぼ同程度ある。また、 $\ln k$  の値は炭素濃度が高い材料ほど減少している。本実験に使用した鋼の組織は  $700^{\circ}\text{C}$  から  $850^{\circ}\text{C}$  の範囲では、フェライト-セメンタイト構造 ( $\alpha+\theta$ )、フェライト-オーステナイト構造 ( $\alpha+\gamma$ )、オーステナイト単相 ( $\gamma$ ) 状態へと変化する。このような組織の違いは結晶構造の変化を伴うため合金層の成長速度にも影響を及ぼすことが予測される。しかし、結果は多少のばらつきはあるものの直線関係を示していることから、熔融アルミニウムめっき中の合金層の厚さの平均値  $\delta$  に対しては、素地鋼の結晶構造の影響は比較的小さいことがわかる。

図2.11は速度定数  $k$  と炭素濃度  $C$  との関係を示している。 $k$  は  $C$  が  $0.8\text{mass}\%$  までは急激に減少しているが、それ以上ではほぼ一定となっている。Ueda らは、Fe-3C の材料において合金層中に初析セメンタイトが取り残されていることから、合金層の成長がセメンタイトによって妨げられることを指摘している[21]。この考えに従えば、 $0.8\text{mass}\%\text{C}$  以下の鋼では、初析フェライト相を優先的に合金層が成長するために、 $k$  の値が大きくなったことが判断できる。

### 2.4.2 合金層と鋼の界面に及ぼすめっき浴温度の影響

2.3.1 節において、アルミニウムめっきによって形成される合金層と素地鋼の界面は鋸歯状であり、炭素濃度が高い鋼ほどその状態は滑らかになる傾向が認められた。そこで、形成された合金層厚さの最大値  $\delta_{max}$  と最小値  $\delta_{min}$  との差を界面の振幅  $W$  と定義し、鋸歯状と素地鋼の結晶構造の関係について調べた。図 2.12 に  $W$  と浸漬時間  $t^{1/2}$  との関係を示す。

一見して、素地鋼の炭素濃度が高くなるほど界面の振幅  $W$  の値は低くなっている。図 2.9(a) の 0.05C-steel の場合では、 $W$  は 700°C から 800°C の範囲では浸漬時間とともに増加するがそれ以上の温度では浸漬時間がおよそ 1600s で最大値を取り減少している。また、 $W$  は浸漬温度が 750°C, 800°C の場合では大きくなる傾向がある。さらに、この傾向は図 2.9(b) の 0.45C-steel においても認められる。0.05C-steel および 0.45C-steel の組織状態は 750°C, 800°C では  $\alpha+\gamma$  構造である。これに対して、700°C および 850°C ではそれぞれ  $\alpha+\theta$  および  $\gamma$  単相となっている。さらに、750°C 以上の温度で  $\gamma$  単相となる 0.88C-steel (図 2.9(c)) では  $W$  は全ての温度で 50 $\mu\text{m}$  であり浸漬温度が高温になるほど低い。

このことから  $U$  の増加の原因は  $\alpha$  相 (bcc) と  $\gamma$  相 (fcc) の結晶構造の違いによるものであり、母材中のフェライト領域が多くなる拡散温度条件で  $W$  は大きくなったと考えられる。

### 2.4.3 Al 含有量の低い金属間化合物が形成されない原因

図 2.5-2.7 で示したように、溶融アルミニウムめっきでは 900°C 以上の温度においても  $\text{Fe}_3\text{Al}$  や  $\text{FeAl}$  のような Al 含有量の低い金属間化合物は全く認められなかった。このことは、合金層のアルミニウム浴中への溶出が関連しているものと思われる。

図 2.13 は試験片の素地鋼の厚さ  $x_a$  および素地鋼から合金層までを含めた厚さ  $x_{a+b}$  を浸漬時間  $t^{1/2}$  に対してプロットしたグラフである。めっき前の試験片の厚さは 2mm (2000 $\mu\text{m}$ ) であるが、全ての浸漬温度において素地鋼から合金層までを含めた厚さ  $x_{a+b}$  は浸漬時間が長くなるほど減少している。すなわち、溶融アルミニウム/合金層界面では合金層の形成よりも溶出の方が多く、合金層/素地鋼界面の拡散のみによって合金層は形成さ

れている。浸漬温度が 850°C 以下の場合には、 $x_a$  および  $x_{a+b}$  は  $t^{1/2}$  に対して比例関係にあり、直線の傾きは負の値を持ちその絶対値は  $x_a$  の方が大きくなっている。このため、合金層の厚さは浸漬時間に伴い増加する。ところが、浸漬温度が 900°C 以上では比例関係は成立せず、 $x_a$  および  $x_{a+b}$  はほぼ同じ曲線を示している。

第1章の (1-13) 式に示したように、合金層の厚さは溶融アルミニウム/合金層界面での鉄原子の拡散による速度定数  $k_{Fe}$  と素地鋼/合金層界面でのアルミニウム原子の拡散による速度定数  $k_{Al}$  から、

$$\delta = \sqrt{kt} = \sqrt{2(k_{Al} + k_{Fe})t} \quad (2-1)$$

$$\delta = \frac{x_{a+b} - x_b}{2} \quad (2-2)$$

で表される。溶融アルミニウム/合金層界面で Fe 原子の溶出が生じている場合、 $k_{Fe}$  は負の値を取ることになる。(2-1)式は、

$$\begin{aligned} \delta &= \frac{2k_{Al}}{\sqrt{2(k_{Al} + k_{Fe})}} \sqrt{t} + \frac{2k_{Fe}}{\sqrt{2(k_{Al} + k_{Fe})}} \sqrt{t} \\ &= \frac{2k_{Al}}{\sqrt{k}} \sqrt{t} + \frac{2k_{Fe}}{\sqrt{k}} \sqrt{t} \end{aligned} \quad (2-3)$$

の様に表すことができる。ここで、(2-2)式の第1項は素地鋼/合金層界面での厚さ増加量、第2項は溶融アルミニウム/合金層界面で溶出した合金層の厚さと考えられる。従って(2-2)式は

$$\delta = k_{alloy} \sqrt{t} - k_{dissolution} \sqrt{t} \quad (2-3)$$

$$k_{alloy} = \frac{2k_{Al}}{\sqrt{k}}, \quad k_{dissolution} = \frac{2k_{Fe}}{\sqrt{k}} \quad (2-4)$$

となる。図 2.13-2.15 において  $x_a$  および  $x_{a+b}$  が  $t^{1/2}$  に対して直線関係にある場合、直線の傾きはそれぞれ  $k_{alloy}$ ,  $k_{dissolution}$  に相当すると思われる。

図 2.16 に図 2.13-2.15 より求めた  $k_{alloy}$  および  $k_{dissolution}$  のアレニウス・プロットを示す。

浸漬温度  $T$  が  $800^{\circ}\text{C}$  以下では、 $\ln k_{\text{alloy}}$  および  $\ln k_{\text{dissolution}}$  の値は  $1/T$  に対して直線関係を示している。また、 $k_{\text{alloy}}$  は  $k_{\text{dissolution}}$  よりも大きくなっている。しかし、直線の傾きは  $k_{\text{dissolution}}$  の方が大きいため、 $T$  が  $850^{\circ}\text{C}$  以上では  $k_{\text{dissolution}}$  の方が大きくなることが直線から予測される。すなわち、浸漬温度が  $850^{\circ}\text{C}$  以上では、素地鋼／合金層界面での合金層の成長速度よりも合金層の溶出が大きくなると予測される。従って、素地鋼の浸漬直後に浴温度の上昇過程や、反応初期段階の粒界拡散によって形成された合金層が溶出し続けるために、Al 含有量の低い金属間化合物も形成されないことが分かる。

## 2.5 小括

炭素濃度の異なる鋼に対して  $700^{\circ}\text{C}$  から  $950^{\circ}\text{C}$  の温度範囲の溶融アルミニウム中における合金層の成長挙動を調べ以下のような結果を得た。

- 1) 溶融アルミニウムめっきによって形成される合金層は全て  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  単相であり、 $900^{\circ}\text{C}$  以上においても  $\text{Fe}_3\text{Al}$  や  $\text{FeAl}$  のような金属間化合物は認められなかった。
- 2) 0.05C-steel および 0.45C-steel の  $800^{\circ}\text{C}$  以上の長時間の場合を除けば、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の厚さは炭素含有量が少なく、浸漬温度が高いほど厚くなる。
- 3) 浸漬時間が短い範囲の結果から求めた 0.05C-steel, 0.45C-steel および 0.88C-steel における合金層の形成速度（速度定数  $k$ ）は、アレニウス・プロットで直線関係を示し、その活性化エネルギーはおよそ  $140\text{--}160\text{kJ/mol}$  であった。
- 4) 速度定数  $k$  は、炭素濃度が 0.8% までは炭素濃度が高くなるほど減少するが、その後一定の値を示し、かつ浸漬温度が高いほど値も大きくなった。
- 5) 合金層／素地鋼界面は、鋸歯状であり、その振幅は炭素濃度が高くなるほど小さくなった。また、同じ炭素濃度の鋼では初析フェライト領域が多くなるほど大きくなった。

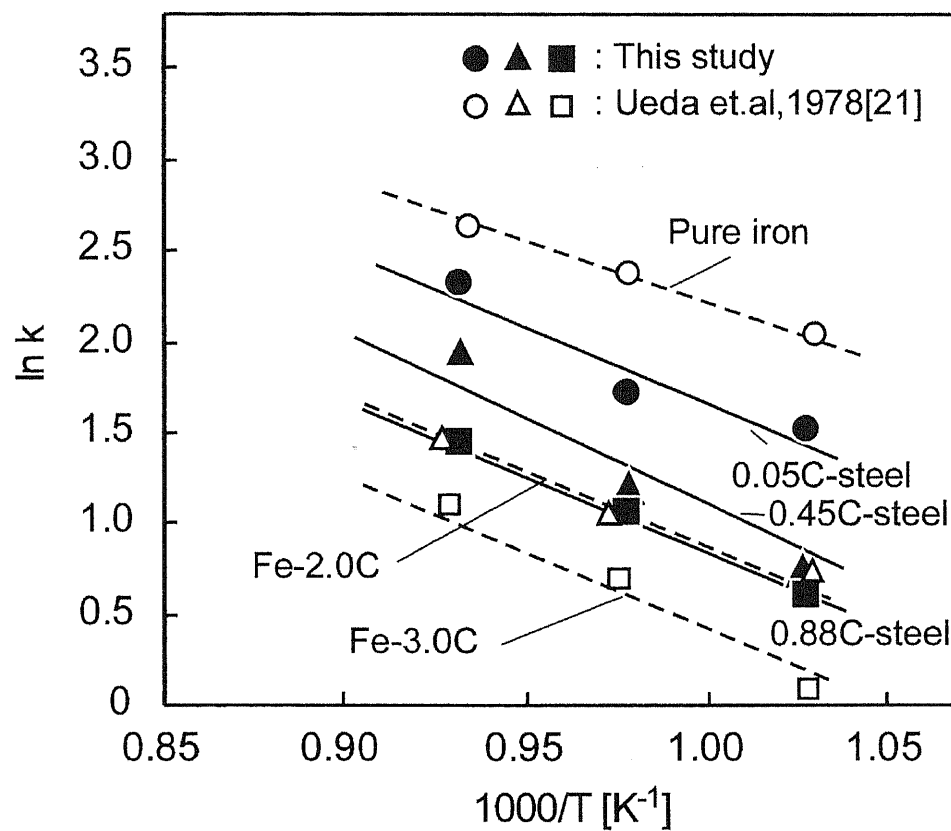


Fig.2.10 Arrhenius plot of the rate constant,  $k$ , for the growth of an alloy layer in molten aluminum.

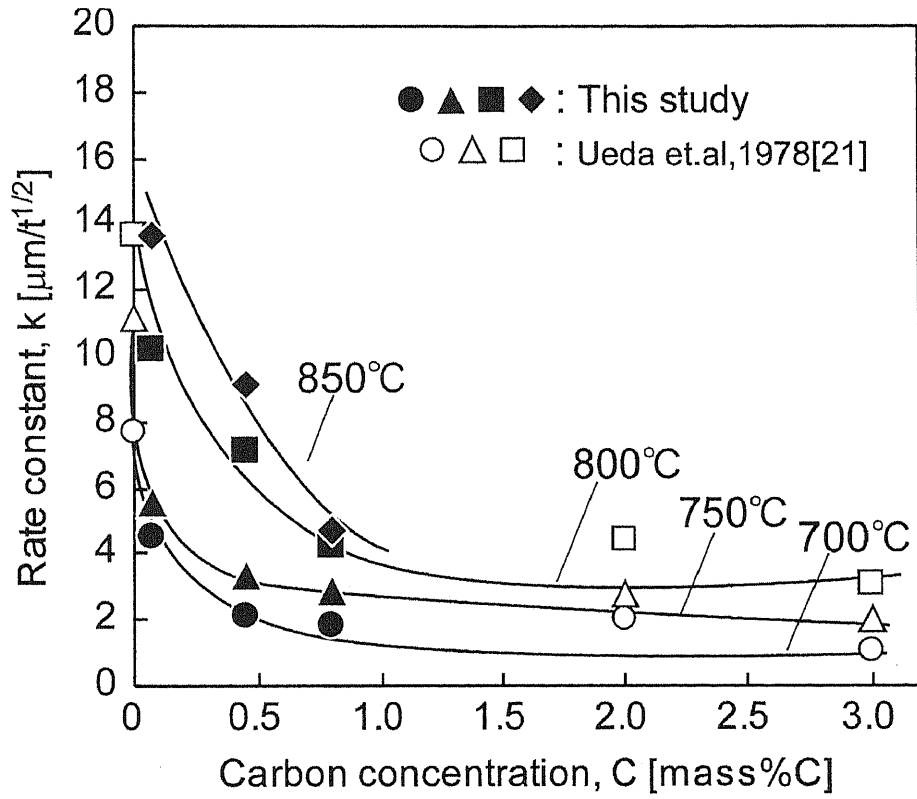


Fig.2.11 Relationship between the rate constant,  $k$ , and the carbon concentration,  $C$ , for the different steel samples from this study compared with data from literature.



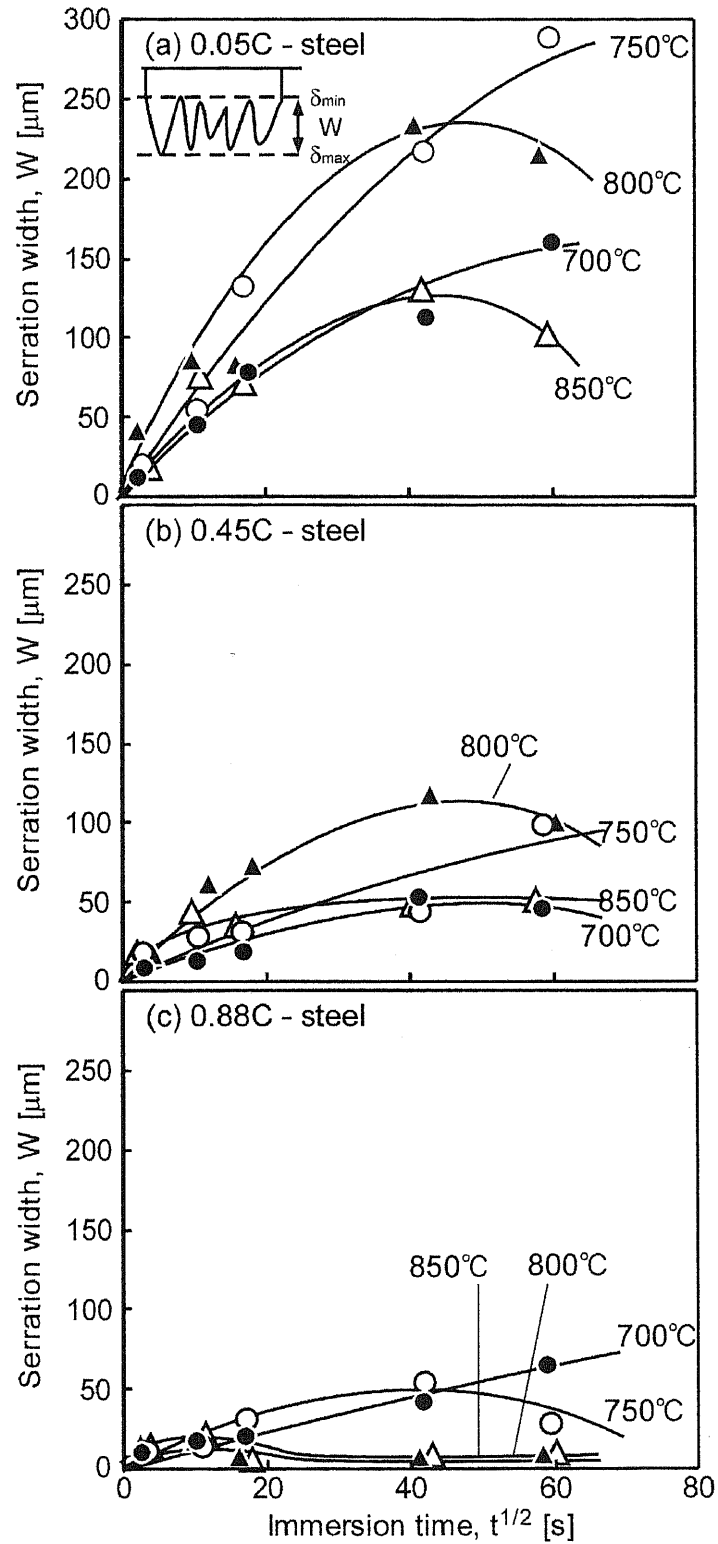


Fig.2.12 Relationship between the serration width,  $W$ , of the steel/alloy layer interface and the square root of the immersion time,  $t^{1/2}$ .

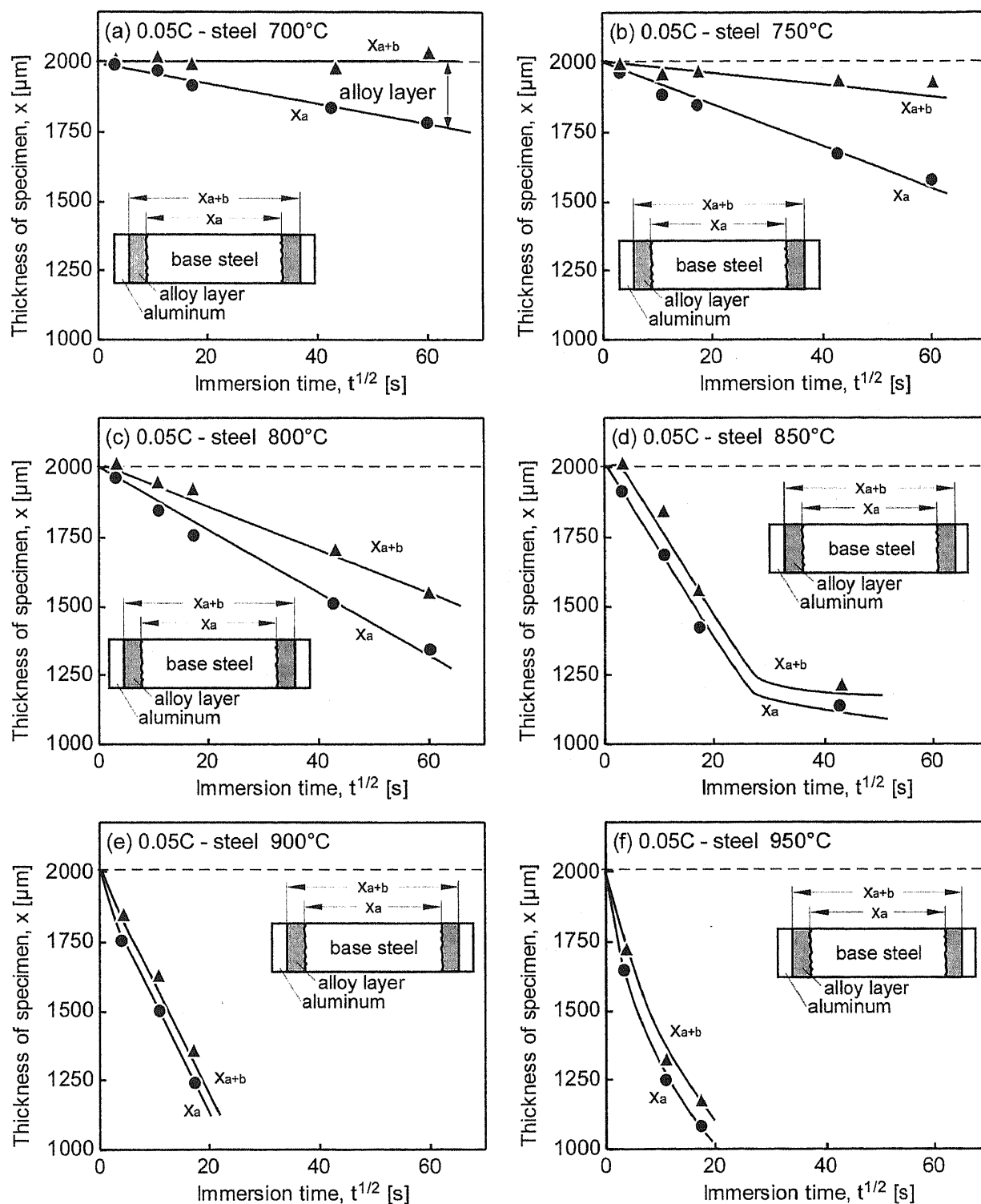


Fig.2.13 Thickness of specimen after the hot-dip aluminizing treatment plotted as a function of the square root of the immersion time,  $t^{1/2}$ , for 0.05C-steel.

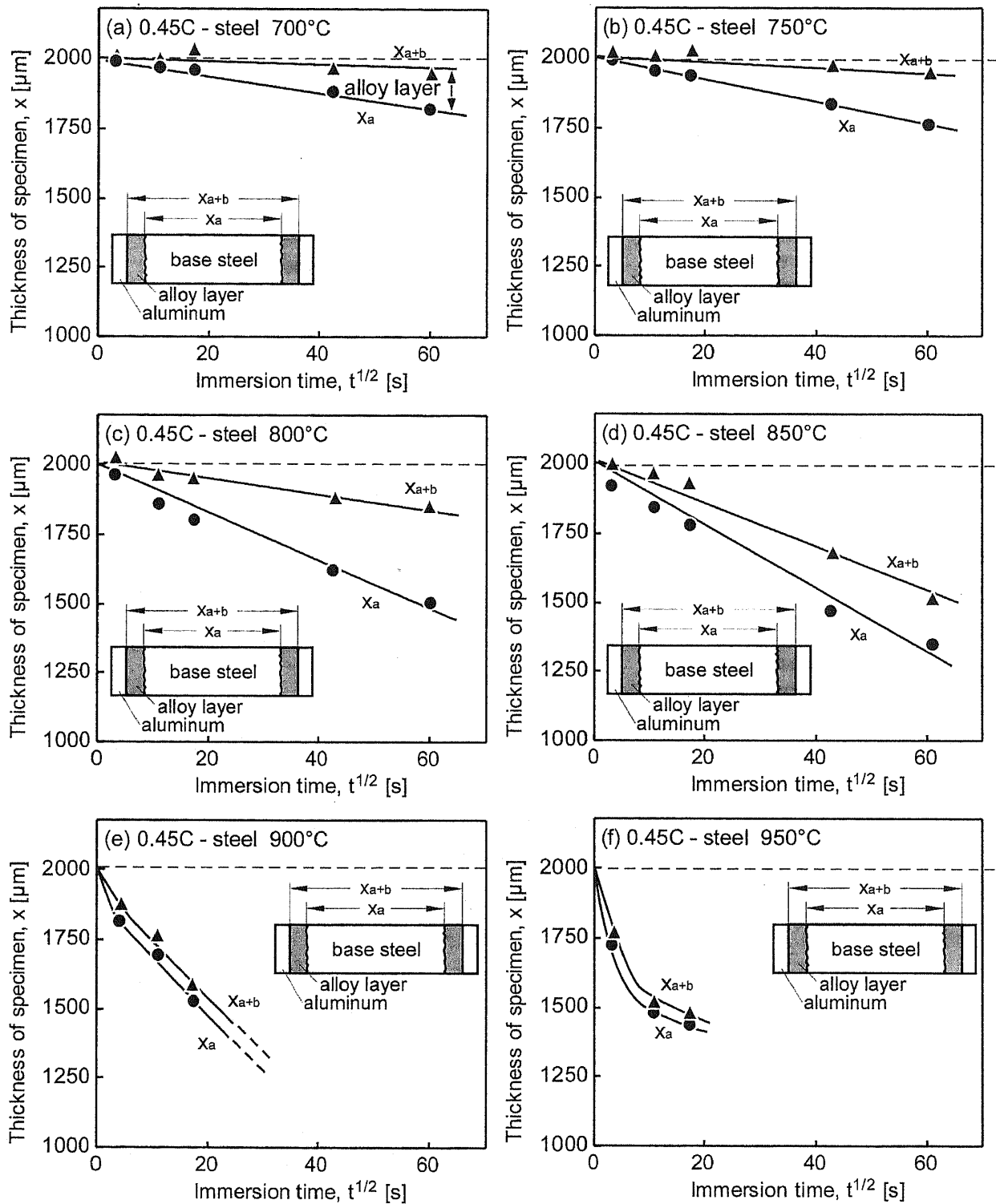


Fig.2.14 Thickness of specimen after the hot-dip aluminizing treatment plotted as a function of the square root of the immersion time,  $t^{1/2}$ , for 0.45C-steel.

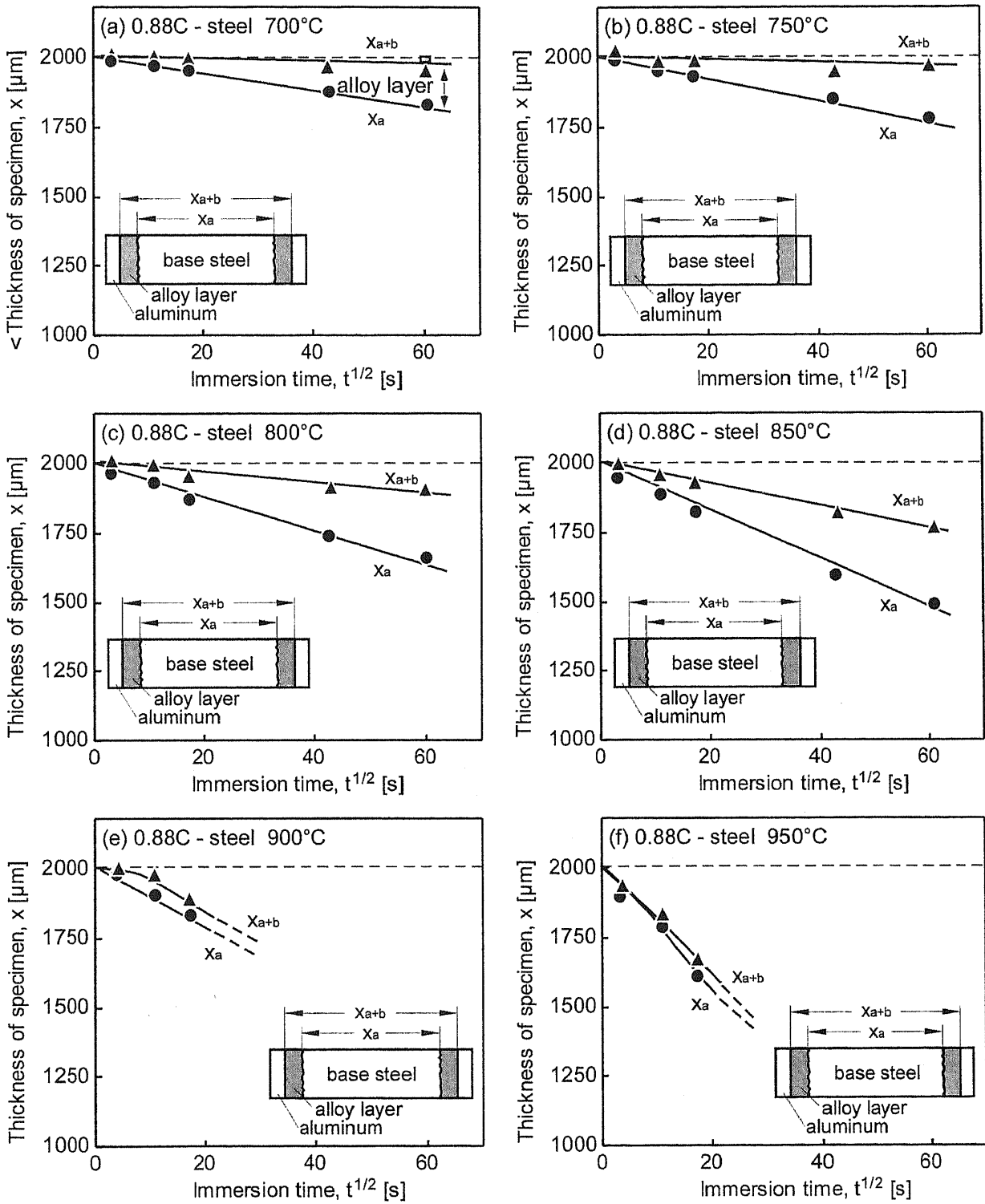


Fig.2.15 Thickness of specimen after the hot-dip aluminizing treatment plotted as a function of the square root of the immersion time,  $t^{1/2}$ , for 0.88C-steel.

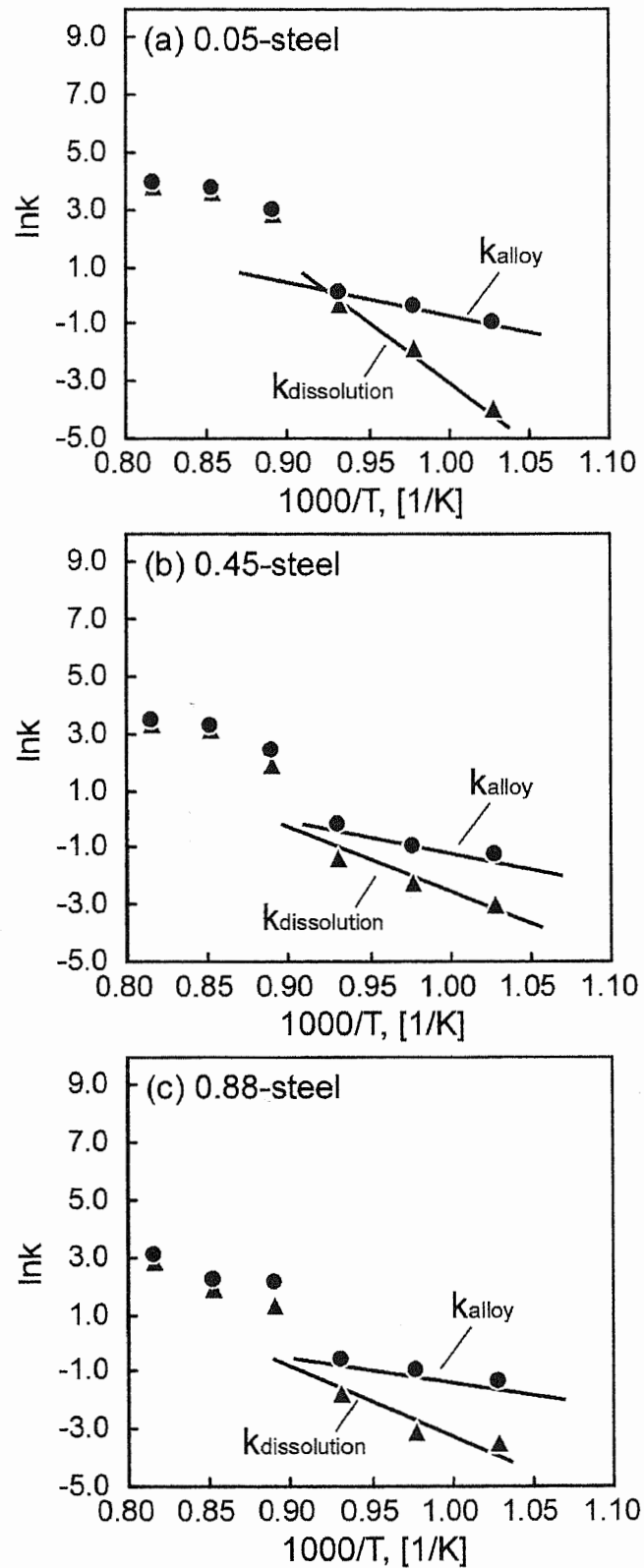


Fig.2.16 Arrhenius plot of the rate constant,  $k$ , for the dissolution of alloy layer in molten aluminum.

第2章の文献

- [1] D. O. Gittings, D. H. Rowland: J. O. Mack, Trans., ASM, 43(1951)587.
- [2] G. M. Bedford and J. B. Boustead: Met. Technol., 1(1974)233.
- [3] A. Bahadur and O. N. Mohanty: Mater. Trans. JIM, 32(1991)1053.
- [4] R. W. Richards, R. D. Jones, P. D. Clements, H. Clarke: International Materials Reviews, 39(1994)191.
- [5] A. Bahadur and O. N. Mohanty: Mater. Trans. JIM, 36(1995)1170.
- [6] K. Bouche, F. Barbier, A. Coulet: Mater. Sci. Eng., A249(1998)167.
- [7] H. R. Shahverdi, M. R. Ghomashchi, S. Shabestari, J. Hejazi: Mater. Proc. Technol., 124(2004)345.
- [8] 西田恵三, 成田敏夫: 日本金属学会誌, 35(1971)269.
- [9] G. Egger, W. Auer, H. Kaesche, J. Mater: Sci., 21(1986)3348.
- [10] N. A. El-Mahallawy, M. A. Taha, M.A. Shady, A. R. El-Sissi, A. N. Attia, W. Reif: Mater. Sci. Technol., 13(1997)833.
- [11] S.C.Kwon, J.Y.Lee: Met. Technol., 8(1981)373.
- [12] Y.J.Li, J. Wang and X.Holly: Mater. Sci. Technol., 19(2003)657.
- [13] S. Kobayashi, T. Yakou: Mater. Sci. Eng., A338(2002)44.
- [14] A. Bahadur and O. N. Mohanty: Mater. Trans., JIM, 31(1990)958.
- [15] L. Yajiang, Z. Yonglan, L. Yuxian: J. Mater. Sci., 30(1995)2636.
- [16] V. N. Yeremenko, Y. V. Natanzon, V. I. Dybkov, J. Mater. Sci., 16(1981)1748.
- [17] G.Egger, H. Vogel, J. Friedrich, H. Kaesche: Pract. Met., 22 (1985)163.
- [18] V. I. Dybkov: J. Mater. Sci., 21(1986)3078
- [19] V. I. Dybkov: J. Mater. Sci., 25(1990)3615.
- [20] A. Bouayad, C. Gerometta, A. Belkebir, A. Ambari: Mater. Sci. Eng., A363(2003)53
- [21] 上田倅完, 新家光雄: 日本金属学会誌, 42(1978)53.

[22] M. Niinomi, Y. Ueda and M. Sano, Mater. Trans., JIM, 23(1982)780.

## 第3章 Fe-Al系合金層形成に及ぼす拡散条件の影響

### 3.1 緒言

第2章では熔融アルミニウムめっきによるAl含有量の低いFe-Al系金属間化合物の形成の可能性および合金層形成に及ぼす素地鋼の炭素含有量について検討した。しかし、熔融アルミニウムめっきのようなAlの拡散源が素地鋼に対してほぼ無限に存在する場合には、900°C以上でAlを拡散させた場合、合金層の溶出が大きくなり、Al含有量の低い金属間化合物の形成は不可能であることが明らかとなった。

一方、熔融アルミニウムめっき後、アルミニウム層と $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ の合金層の状態から拡散を行う拡散源が限定された場合[1-3]や、Fe-Al系合金粉末からのカロライジングのような拡散速度が遅い場合にはAl含有量の低い金属間化合物が形成される可能性が指摘されている[4,5]。いずれの研究においても、合金層には $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ が形成され、900°C以上の拡散処理で内部にFeAlや $\text{Fe}_3\text{Al}$ のようなAl含有量が低い金属間化合物の形成が認められている。しかし、このような金属間化合物の形成過程や拡散条件については未だ明らかにされていない。

そこで本研究では熔融アルミニウムめっき後、拡散処理を行った場合におけるAl含有量の低い金属間化合物が形成される条件について調べた。また、熔融アルミニウムめっきに替わる方法としてアルミニウム箔と鋼を接合し、合金層が形成されていない状態からAlの拡散を行う「箔アルミナイジング法」についても検討を行った。

### 3.2 実験方法

#### 3.2.1 熔融アルミニウムめっき鋼の拡散処理

本実験の素地鋼として構造用炭素鋼構造用炭素鋼SS400 (C:0.1mass%, Si:0.119mass%, Mn:0.45mass%, P:0.028mass%, S:0.030mass%, 以後0.10C-steelと呼ぶ)を用いた。長さ10.0mm, 幅25.0mm, 厚さ3.0mmの試験片を、1050°Cの真空中で1h焼鈍した。最終的



に#400(平均砥粒径 $10\mu\text{m}$ )のエメリー紙で研磨し、供試材とした。

熔融アルミニウムめっきは第2章と同様方法で行い、その条件は合金層の溶出が比較的少ない浸漬温度： $700^{\circ}\text{C}$  および浸漬時間： $60\text{s}$  とした。熔融アルミニウムめっき後の断面写真を図3.1に示す。表面から $160\mu\text{m}$ まではアルミニウム層が存在し、素地鋼との中間には厚さ約 $40\mu\text{m}$ の $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ が形成されている。被膜全体の厚さはおよそ $200\mu\text{m}$ である。次に、アルミニウムめっきされた試験片に対して拡散温度 $T_D=700^{\circ}\text{C}$ 、 $800^{\circ}\text{C}$ 、 $900^{\circ}\text{C}$ および $1000^{\circ}\text{C}$ の真空中で拡散処理を行った。拡散時間はそれぞれ $0.9\text{ks}$ 、 $3.6\text{ks}$ 、 $10.8\text{ks}$ および $21.6\text{ks}$ とした。

### 3.2.2 箔アルミナイジング

素地鋼の表面( $10.0\text{mm}\times 25.0\text{mm}$ の面)をエタノールで脱脂した後、アルミニウム箔(厚さ $20\mu\text{m}$ を5枚重ねて $100\mu\text{m}$ にしたもの)を重ね、これを図3.2に示すような治具を用いてSiC板と共に挟み、 $10\text{mPa}$ の真空中で、 $650^{\circ}\text{C}$ で1h加熱し、アルミニウムと素地鋼を接合した。図3.3にアルミニウム箔を接合した試験片の断面を示す。用いた箔の厚さと同じ $100\mu\text{m}$ のアルミニウム層が存在し、合金層は形成されていない。拡散処理は、熔融アルミニウムめっき材と同一の条件で行った。

以上の方法で拡散させた試験片を切断し電子線マイクロアナライザ(EPMA)で断面のAlおよびFe原子の濃度分布を求めた。さらに、めっき膜中に形成された金属間化合物を同定するため、断面を観察しながら各層まで研磨により除去し、研磨された表面をX線ディフラクトメータ(XRD)によって構造解析した。

### 3.2.3 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ /鋼拡散対による実験

3.4節で明らかにされるが、アルミニウムめっきされた鋼を拡散処理すると、拡散初期段階で形成された $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ と素地鋼の拡散によって、Al含有量の低い合金層が形成されることがわかった。そこで、この合金層の形成条件および素地鋼の炭素含有量の影響を調べるた

めに、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ /鋼拡散対を作製し拡散実験を行った。素地鋼には表 3.1 に示すような高純度電解鉄(Pure iron)、S25C(0.25C-steel)および S45C(0.45C-steel)を用いた。これらの炭素鋼を  $1100^\circ\text{C}$  で 30min 焼鈍後、 $6\text{mm}\times 50\text{mm}\times 2\text{mm}$  の形状に切り出した。作製した試験片の表面 ( $6\text{mm}\times 50\text{mm}$ ) に厚さ  $50\mu\text{m}$  のアルミニウム箔(純度 99.6%)をプレス機を用いて圧接した。圧接条件はそれぞれ圧力 150MPa, 温度  $250^\circ\text{C}$ , プレス時間 1h とした。

3.3.3 節で述べるように、アルミニウム/鋼拡散対において、 $800^\circ\text{C}$  以下で拡散を行った場合には試験片の合金層中には主に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  が形成される。そこで、アルミニウム箔を圧接した試験片を  $700^\circ\text{C}$  で 30min 加熱し、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ /鋼拡散対とした。図 3.4 に拡散後の試験片を示す。試験片表面に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が形成され、アルミニウム層は認められない。試験片内では  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層は均一に形成されているが、純鉄および 0.25C-steel では  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層/素地鋼の界面が鋸歯状になっている。図 3.4 はこれらの試験片の  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の厚さを測定した結果である。純鉄および 0.25C-steel に形成された  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の厚さは界面が鋸歯状であるため、ばらつきがあるが、厚さの平均値はいずれの炭素鋼においてもおよそ  $70\mu\text{m}$  である。拡散処理は図 3.5 に示すように、素地鋼がそれぞれ  $\alpha$  単相、オーステナイト単相およびフェライト-オーステナイト 2 相となる温度で行い、拡散時間はそれぞれ 1h, 3h, 6h および 10h とした。

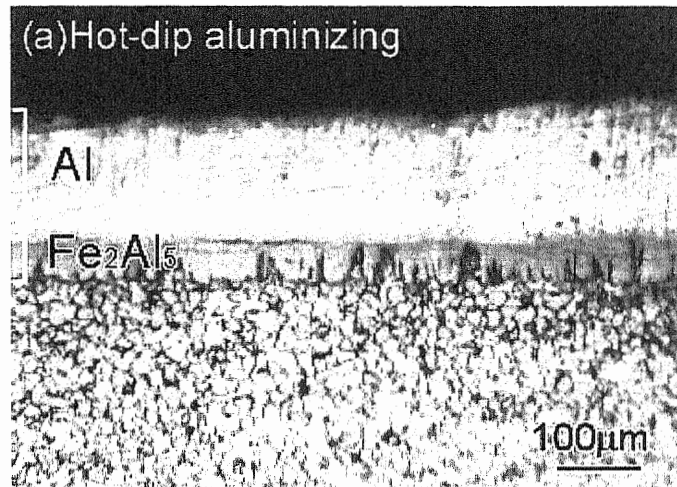


Fig.3.1 Cross-sections of specimens prior to diffusion. Specimen was hot-dipped in Al at 700°C for 60s.

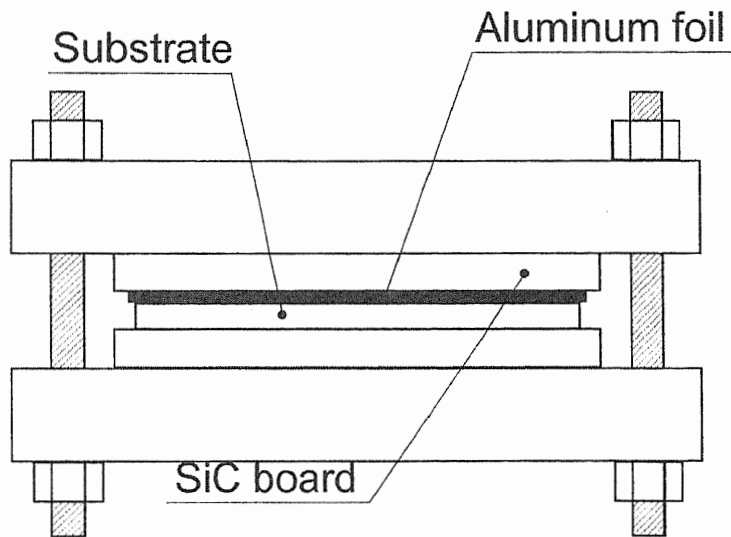


Fig.3.2 Schematic illustration of the foil aluminizing process.

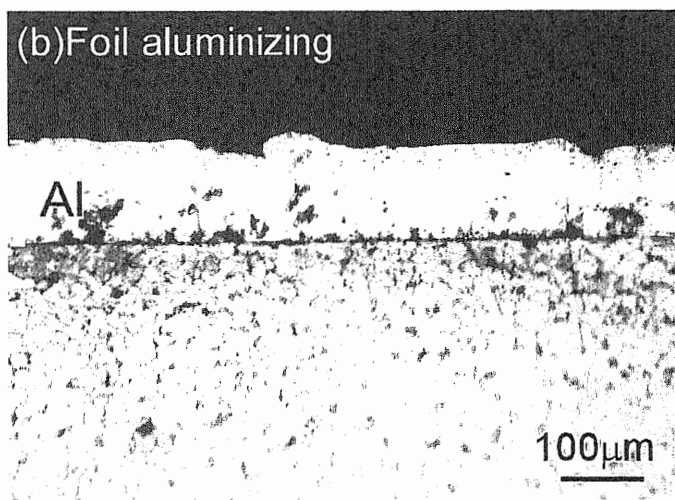


Fig.3.3 Cross-sections of specimens prior to diffusion. Specimen pre-heated at 650°C for 3.6ks.

Table 3.1 Chemical compositions of base steels.(mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
Pure iron	<0.02	-	-	-	-	-	-	-
0.05C-steel	0.27	0.21	0.39	0.012	0.015	0.01	0.02	0.04
0.45C-steel	0.45	0.19	0.71	0.017	0.027	0.14	0.06	0.14

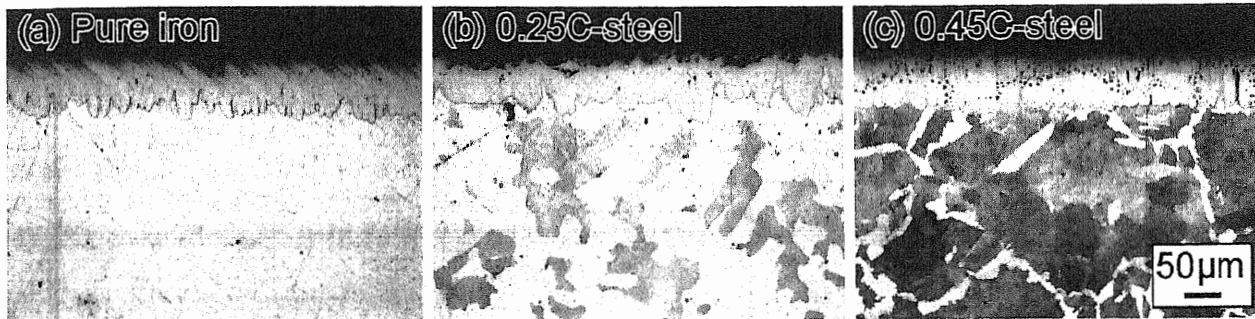


Fig.3.3  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ /steel diffusion couple.

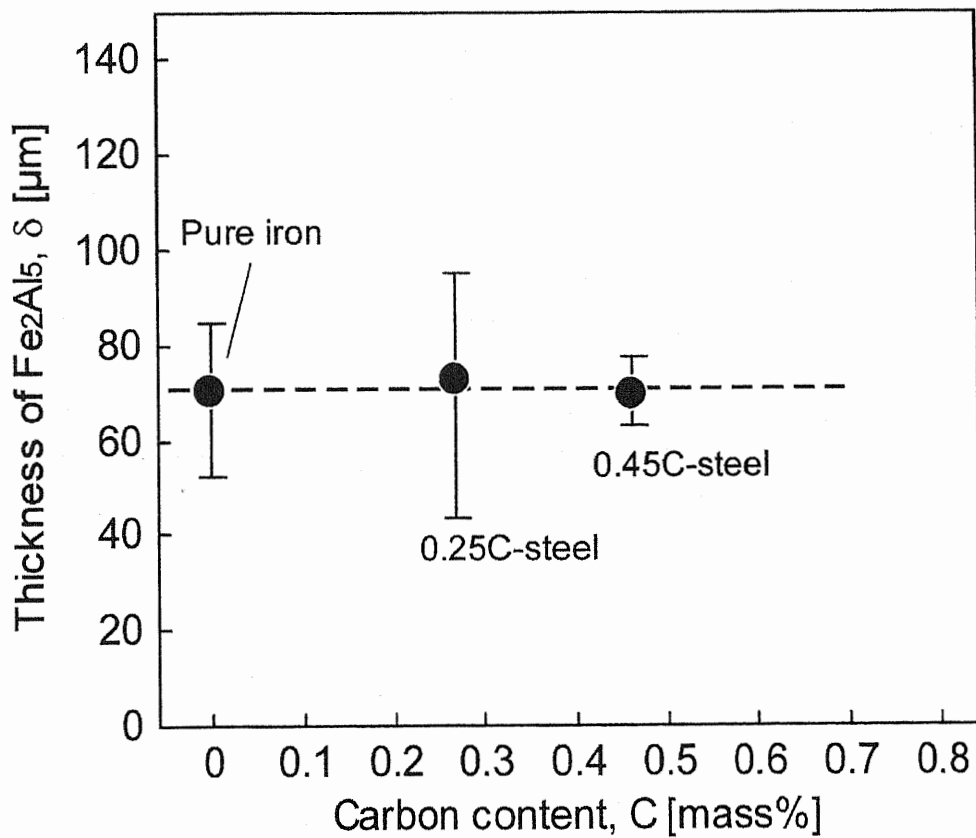


Fig.3.4 Thickness of  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\delta$ , in the specimen.

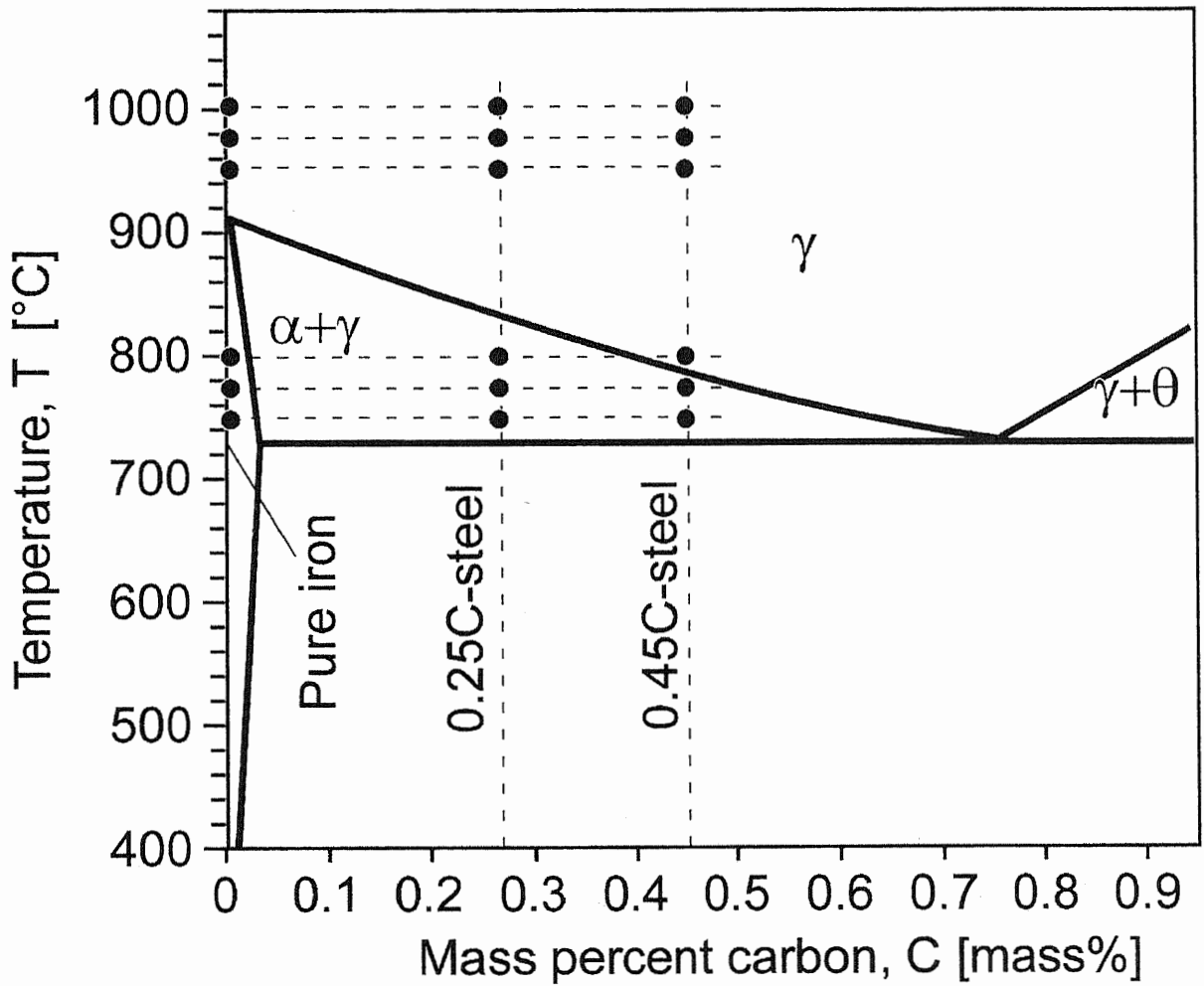


Fig.3.5 Diffusion condition of  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ /steel diffusion couple.

### 3.3 実験結果

#### 3.3.1 溶融アルミニウムめっき後の拡散処理で形成される合金層

溶融めっき後、拡散温度  $T_D=700^{\circ}\text{C}-1000^{\circ}\text{C}$  で拡散処理した試験片の断面写真を図 3.6 に示す。  $T_D$  が  $700^{\circ}\text{C}$  では、表面付近に多くのボイドを含む A 層が認められる。この層は表面からおよそ  $200\mu\text{m}$  以上にも及び基盤材との界面は鋸歯状を呈していることから溶融アルミニウムめっき中にも形成される  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  である可能性が高い。図 3.7 は  $T_D=700^{\circ}\text{C}$ ,  $t=3.6\text{ks}$  の試験片の断面を X 線マイクロアナライザー(EPMA)で分析した結果である。試験片表面にはボイドが多いため Al 濃度の測定値は大きく変動している。断面写真から A 層が確認できる試験片の表面からおよそ  $140\mu\text{m}$  までの深さの範囲では、Al 濃度はおよそ  $55\text{mass}\%$  でほぼ一定であり、基盤材との界面を境に急激に減少している。図 3.8(a)に試験片表面から A 層の  $2/3$  程度までを除去した面の XRD パターンを示す。  $\text{FeAl}_2$  の回折ピークがわずかに認められるが A 層は主に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  であることがわかる。

図 3.6 の  $T_D=800^{\circ}\text{C}$  の場合にも、同様に素地鋼との界面が鋸歯状の層が形成されているが、  $T_D=700^{\circ}\text{C}$  および  $800^{\circ}\text{C}$  とともに、A 層と鋼との界面は拡散時間が長くなるほど滑らかになる傾向が認められる。

一方、  $T_D$  が  $900^{\circ}\text{C}$  以上では表面近傍のボイドを含む A 層と素地鋼との間に 2 種類の B 層および C 層の形成が確認できる。C 層と基盤材との界面は A 層に比べて直線的である。さらに、  $T_D$  が  $900^{\circ}\text{C}$ ,  $1000^{\circ}\text{C}$  と高くなると表面近傍のボイドを含む A 層は減少し、B 層および C 層の厚さは増加している。また、拡散温度が高い場合にはこれらの 2 層の界面にボイドが存在している。

図 3.9 に  $T_D=1000^{\circ}\text{C}$ ,  $t=3.6\text{ks}$  の断面を EPMA で分析した結果を示す。Al 濃度は試験片表面から段階的に減少している。B 層の範囲では Al 濃度はおよそ  $30\text{mass}\%$  で一定である。さらに試験片内部の C 層の範囲では Al 濃度は  $15\text{mass}\%$  まで減少し、その後表面からの距離が深くなるほど緩やかに減少している。図 3.8(b)および(c)はそれぞれ B 層および C 層の中央部分を XRD で分析した結果である。両者の回折ピークはどちらもフェライト相



のピークに近接するが、図3.9に示した Al 濃度は 30–16mass%であることから、B層は FeAl であることがわかる。さらに、C層領域で Al 濃度分布は B層との界面では常に 15mass%の一定で、0mass%まで連続的に減少している。先行研究[1,3]では、この層はビッカース硬さのデータとの比較から Fe<sub>3</sub>Al であるとしている。しかし、Fe-Al 系状態図上(第1章, p.3)では、拡散処理を行った 1000°C で Al 濃度が 0–15mass%の範囲ではアルミニウムが固溶したフェライト相が形成されることになる。従って、図 3.6 の断面写真に示される C層はアルミニウム固溶フェライト相 (Al 固溶層) であると判断できる。さらに、FeAl のような規則格子中では、不規則固溶体の状態よりも拡散係数は小さい[6,7]。このことから、FeAl/Al 固溶層界面に存在するボイドは、規則相 (B2 型規則格子) と不規則相の拡散係数の違いによるカーケンドール効果によるものと推測される。

### 3.3.2 箔アルミナイジング法で形成される合金層

図 3.10 は箔アルミナイジングを行った試験片の断面写真である。この場合にも同様の XRD および EPMA の分析結果から、A層、B層および C層が形成され、それぞれ Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>, FeAl および Al 固溶層であることを確認した。箔アルミナイジングでは、T<sub>D</sub>=800°C においても、t が長くなるとわずかに FeAl および Al 固溶層の形成が確認できる。また、図 3.6 に示したように溶融アルミニウムめっき鋼を拡散処理した場合には FeAl および Al 固溶層の界面にボイドが多く存在していたのに比べて、箔アルミナイズ処理材ではこれらのボイドは少ないことがわかる。

図 3.11(a)–(d)に 1000°C で拡散処理を行った試験片断面を EPMA で分析した結果を示す。図 3.9(a)の拡散時間が 0.9ks の場合には、溶融アルミニウムめっき鋼の拡散処理の場合と同様に、表面に Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> が形成され、Al 濃度は内部に形成された FeAl および Al 固溶層ごとに段階的に減少している。しかし、拡散時間が 3.6ks (図 3.11(b)) になると、Al 濃度は FeAl および Al 固溶層内において一定ではなく素地鋼に至るまで連続的に減少し、拡散時間が長くなるほど濃度勾配は緩やかになっている。さらに、これらの Al 含有量の低い

領域の厚さは図 3.9 に示した熔融アルミニウムめっき鋼を同一の拡散時間で処理した場合よりも大きい。このことから、箔アルミナイジング法では、FeAl および Al 固溶層が短時間で形成されやすいことがわかる。その原因として、箔アルミナイジング法では熔融アルミニウムめっき鋼に比べて拡散前のアルミニウム層が薄く、合金層も形成されていないため、拡散する Al 量が少なかったことが推測される。

### 3.3.3 Al 濃度と硬さの関係

図 3.12 は図 3.11 で Al 濃度分布を示した試験片断面の硬さ分布である。圧痕近傍にクラックの発生が認められる場合があったため図中に×で示した。圧痕近傍に脆性的なクラックが生じる場合や、測定部分にボイドが存在する場合には、圧痕が大きくなり、硬さは見かけ上低くなる。このため、クラックの発生を伴わない場合の硬さの値が材料本来の硬さを示すものと思われる。

試験片内部の硬さ分布は図 3.11 に示した Al 原子の濃度分布によく一致している。Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> 層の硬さは 800HV 以上であるが表面近傍のボイドを含む領域ではクラックの発生が多い。また、Al 原子の濃度勾配と同様に拡散時間が短い場合には硬さの変化も段階的であるが、長時間の場合には緩やかに減少している。

### 3.3.4 拡散処理で形成される合金層の厚さと拡散時間の関係

図 3.13 に拡散処理によって形成された Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> 層、FeAl 層および Al 固溶層の厚さと拡散時間  $t^{1/2}$  の関係を示す。3.3.2 節で示したように、拡散温度が 800°C 以下 (図 3.7(a), (b)) では、主に Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> 層が形成されている。また、これらの拡散温度では、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> 層の厚さは拡散時間が最も短い 0.9ks で飽和し、その後拡散時間が増加してもほぼ一定である。Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> 層は、拡散温度が 900°C 以上 (図 3.13(c), (d)) の場合にも形成され、拡散時間が 0.9ks で最大になるが、それ以上の拡散時間では拡散時間が長くなるほど減少している。

一方、FeAl の拡散時間が短い場合および Al 固溶層は拡散時間に伴いほぼ直線的に増加

している。溶融アルミニウムと鋼との拡散の場合（第2章）では、900°C以上の温度においても、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 層のみが形成され、FeAl層およびAl固溶層のような層は認められなかった。このことから、溶融アルミニウムめっき鋼を拡散処理した場合や箔アルミナイジング法において、FeAlおよびAl固溶層は次のような過程で形成されていることが考えられる。

(1) 拡散の初期段階として表面のアルミニウム層が溶解し溶融アルミニウムと素地鋼の拡散によって  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  が形成される。

(2) 次に、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ と素地鋼との相互拡散により FeAl および Al 固溶層が形成される

(3) 拡散時間が長くなるほど FeAl 層内の Al 濃度が減少し、Al 濃度勾配が緩やかになる。

従って、以降の FeAl 層および Al 固溶層についての議論は  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  と鋼拡散対の拡散結果に基づいて行う。

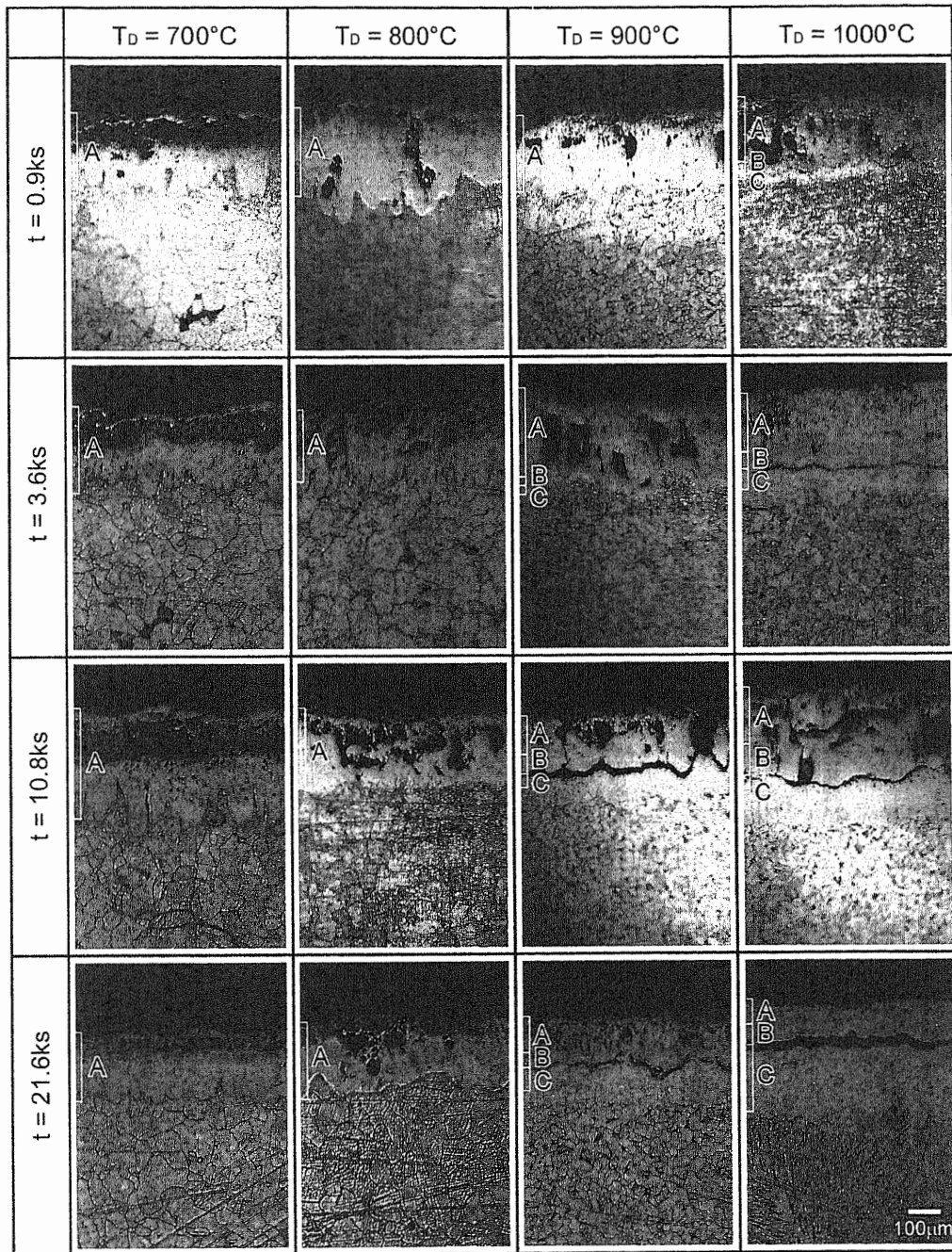


Fig.3.6 Cross-sectional micrographs of hot-dip aluminized specimens heated in a temperature range of 700 to 1000°C.

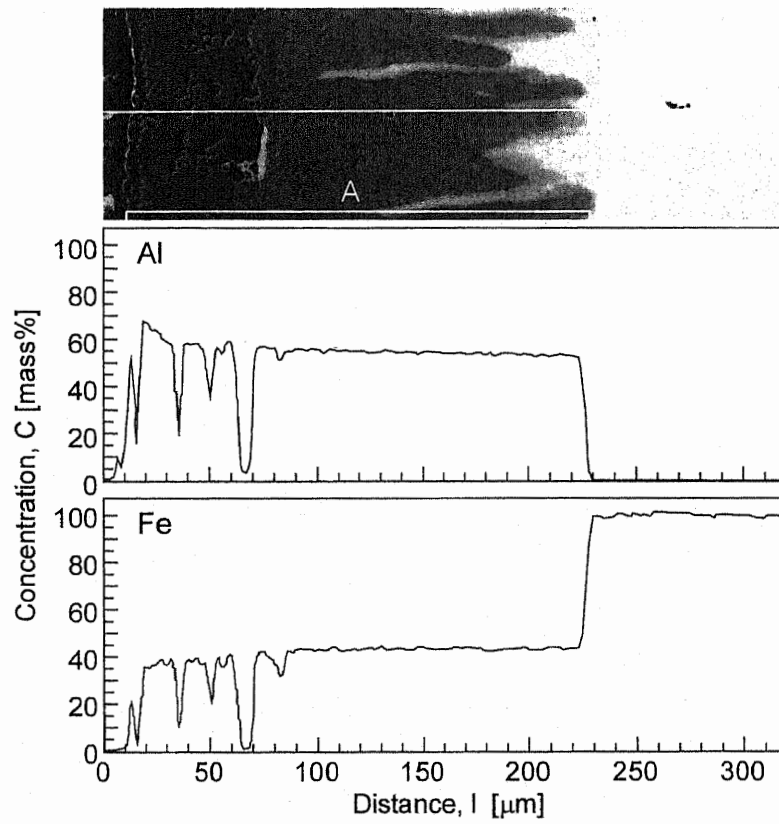


Fig.3.7 Concentration distribution of Al for the hot-dip aluminized specimen under conditions of  $T_D = 700^\circ\text{C}$ ,  $t = 3.6\text{ks}$ .

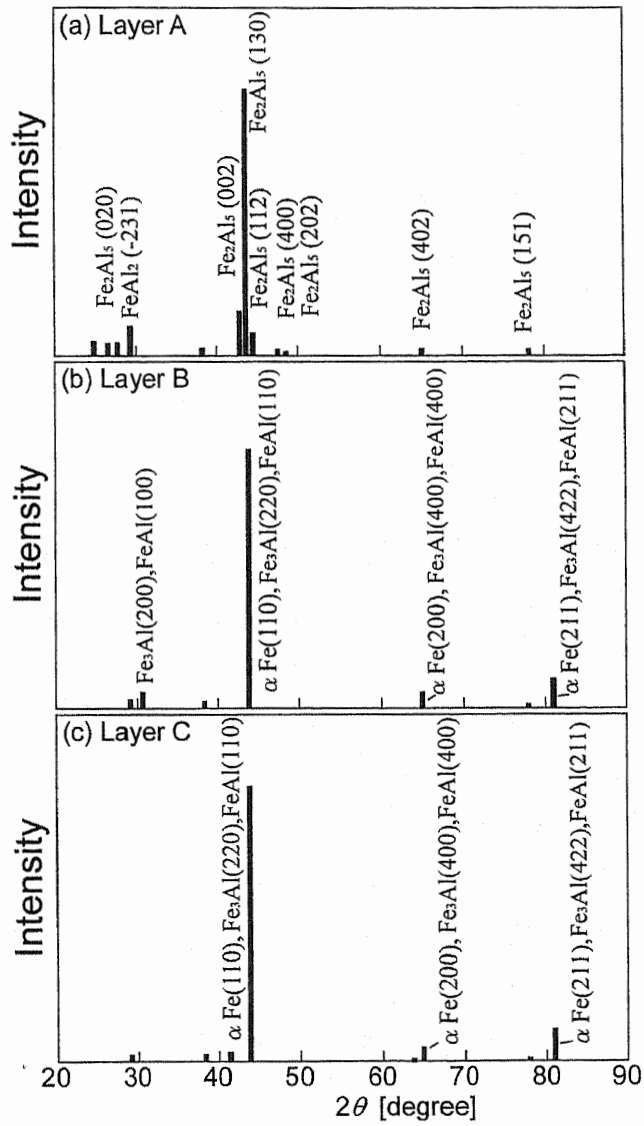


Fig.3.8 XRD patterns of alloy layers formed in the hot-dip aluminized specimens.

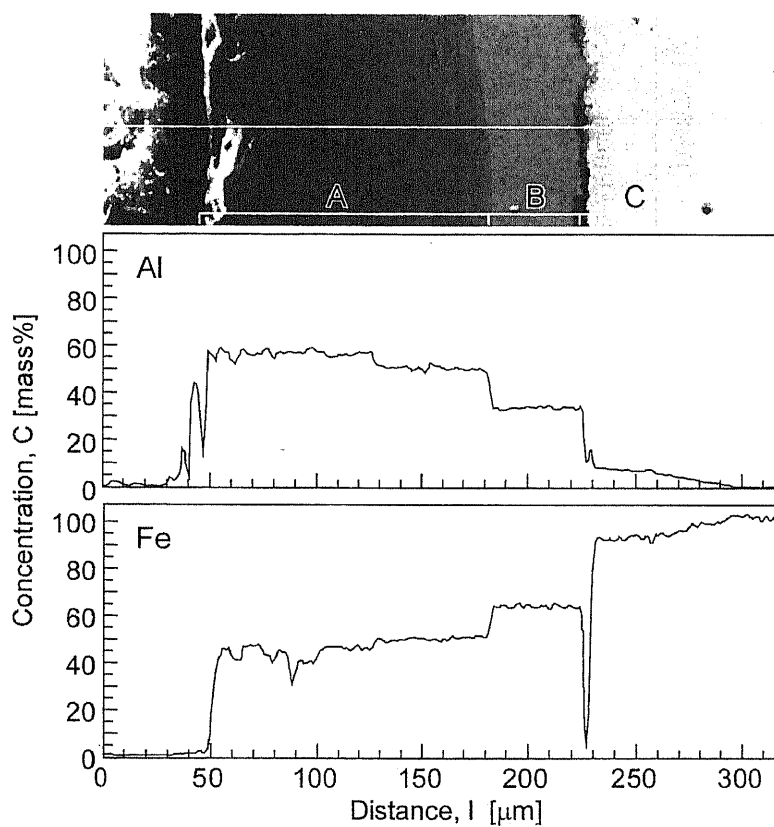


Fig.3.9 Concentration distribution of Al for the hot-dip aluminized specimens under conditions of  $T_D = 1000^\circ\text{C}$  and  $t = 3.6\text{ks}$ .

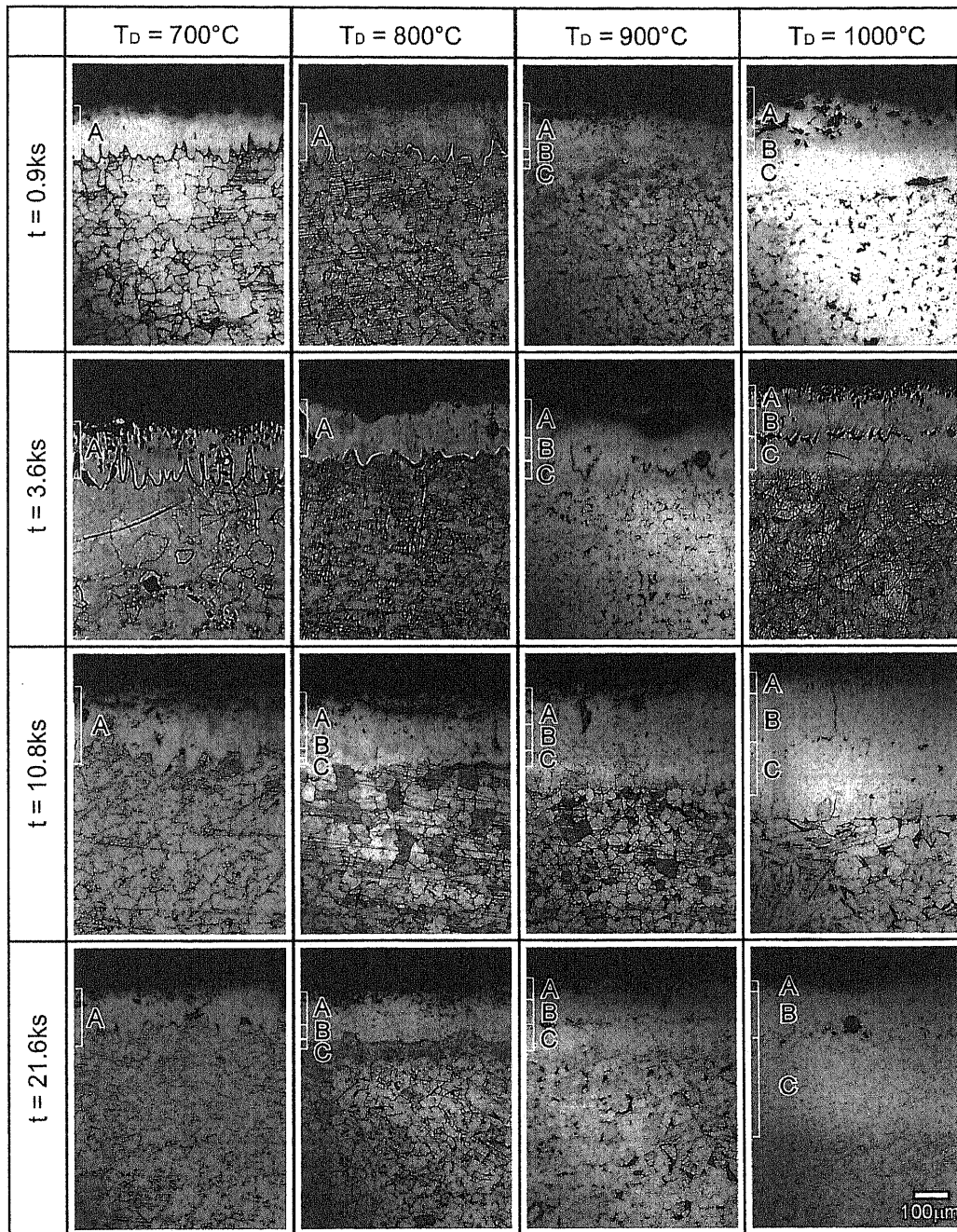


Fig.3.10 Cross-sectional micrographs of foil aluminized specimens heated in a temperature range of 700 to 1000°C.



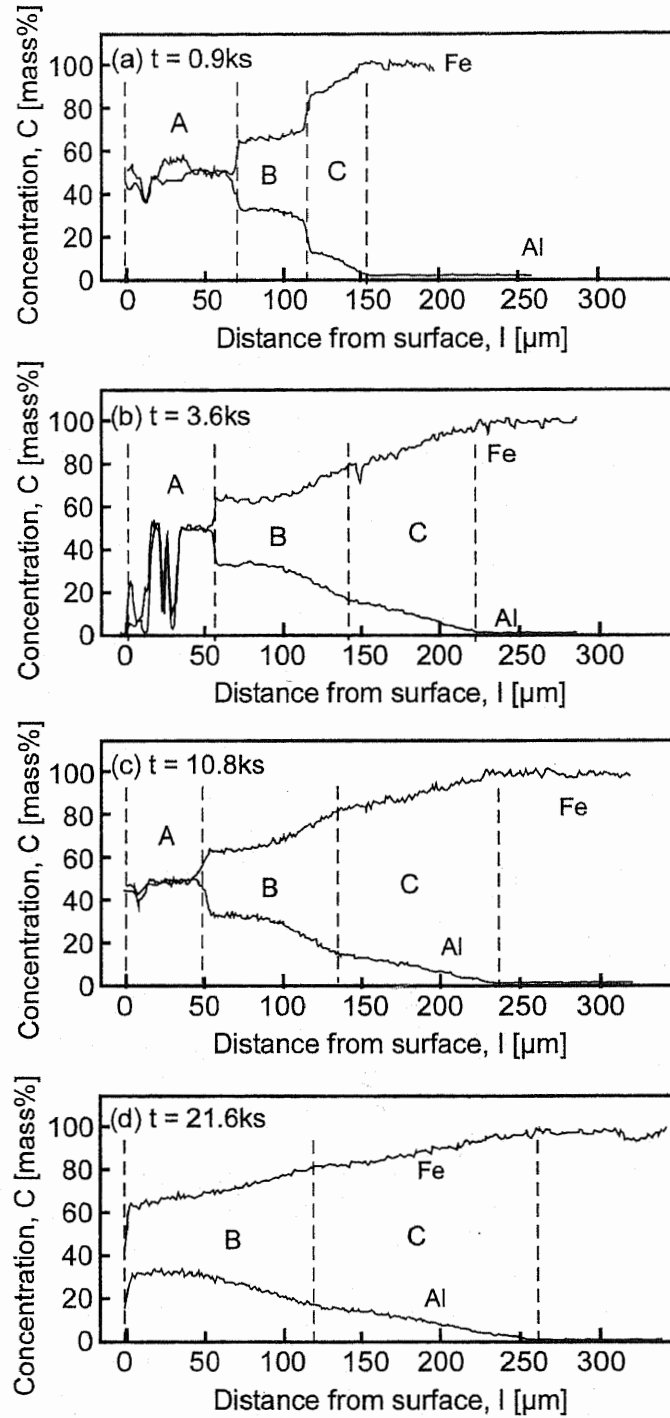


Fig.3.11 Concentration distribution of Al for the foil aluminized specimen under conditions of  $T_D = 1000^\circ\text{C}$ .

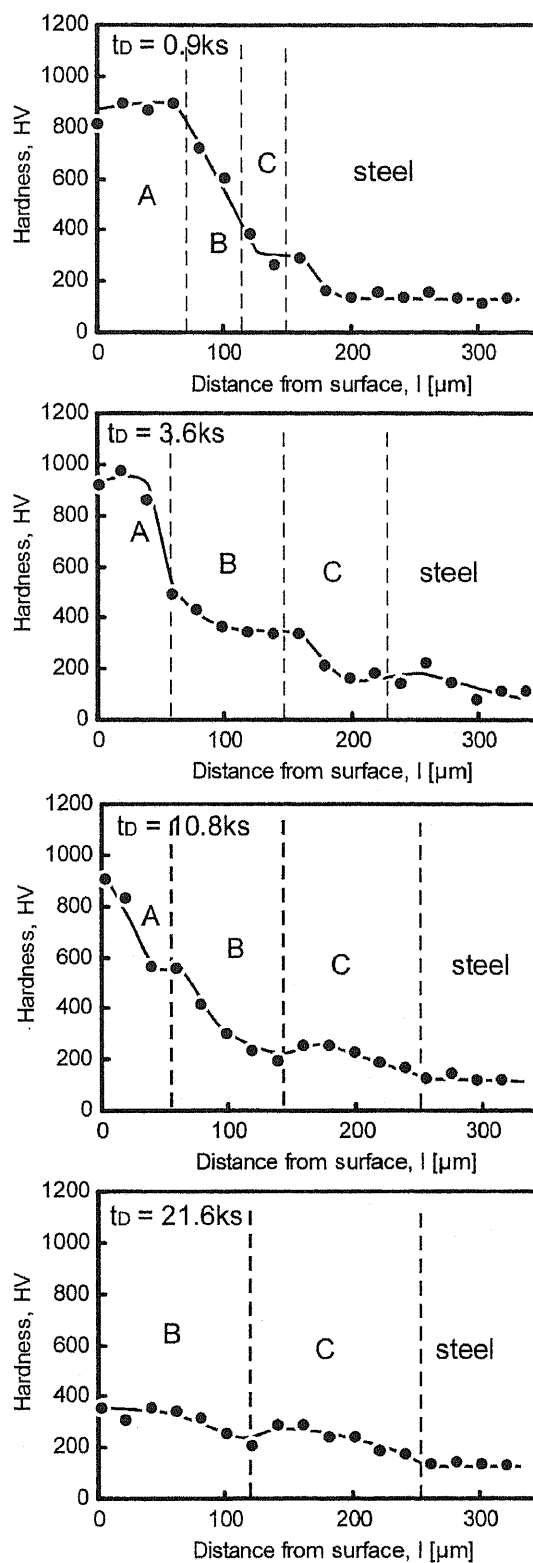


Fig.3.12 Hardness distributions of the specimens diffused at the 1000°C.

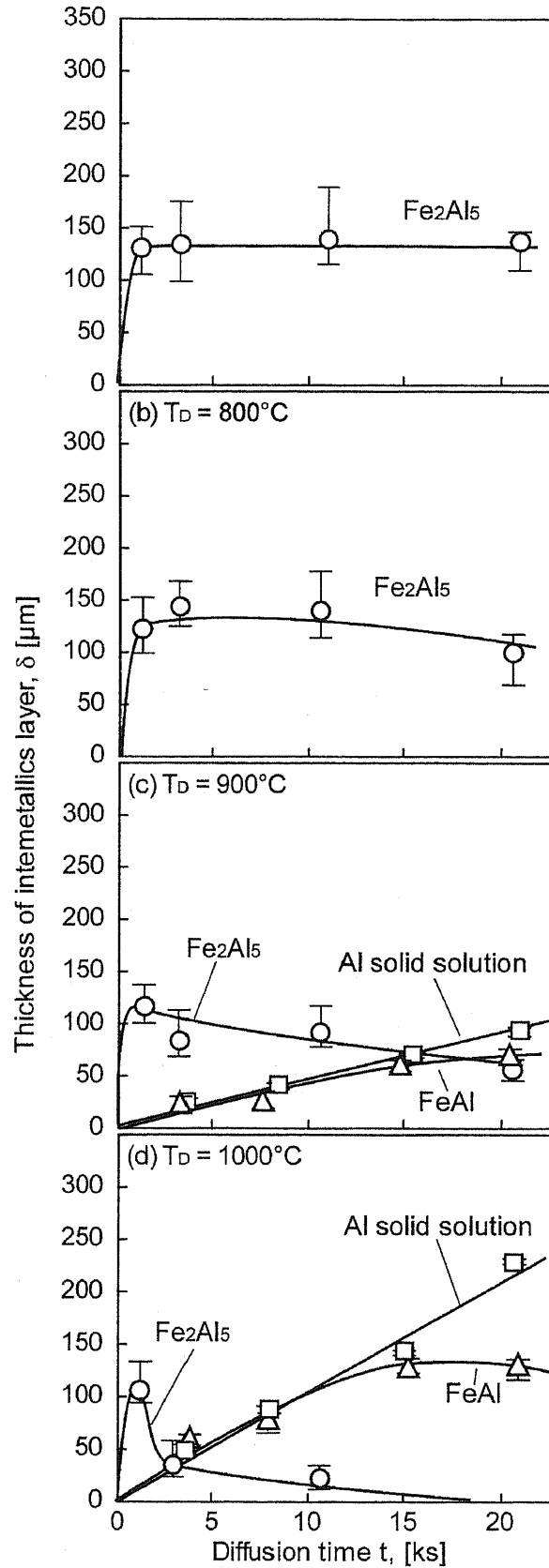


Fig.3.13 The plot of thickness of alloy layer,  $\delta$ , vs. diffusion time,  $t^{1/2}$ .

### 3.4 考察

#### 3.4.1 Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>/鋼拡散対に形成される合金層の厚さと拡散時間の関係

溶融アルミニウムめっき鋼を拡散処理した場合、および箔アルミナイズング法ではいずれの場合にも Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>が形成され、FeAl、Al 固溶層はも Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>と素地鋼の拡散によって形成されることがわかった。そこで、初期状態で Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>と素地鋼からなる拡散対を加熱した場合の結果について考察する。図 3.14-3.16 に種々の炭素含有量の鋼を用いて作製した Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>/鋼拡散対を 750°C から 1000°C の温度範囲で拡散させた場合の、断面写真を示す。また、図 3.17-3.19 はそれぞれの素地鋼に形成された Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層、FeAl 層および Al 固溶層の厚さと拡散時間  $t^{1/2}$  の関係である。図 3.17 の Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層の厚さでは、拡散温度が 800°C 以下では拡散時間が短い場合にはわずかに増加するが、拡散温度  $T$  が高く、拡散時間が長くなるほど減少している。また、素地鋼の炭素含有量が少ないほどこの傾向は大きい。

FeAl の厚さ(図 3.18)は、 $T$  が 800°C 以下の場合には拡散時間に伴わずに増加しているが、厚さは 20 $\mu\text{m}$  以下である。また、900°C 以上では全ての素地鋼の場合においておよそ 50 $\mu\text{m}$  で飽和している。FeAl 層は拡散時間が短い場合には、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層との界面での拡散によって増加する。しかし、拡散時間が長くなり Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層が全て拡散すると、Al 固溶層との界面の拡散によって減少することが予測できる。一方、Al 固溶層の厚さは全ての拡散温度で拡散時間  $t^{1/2}$  に対して直線的に増加している。

#### 3.4.2 Al 固溶層形成に及ぼす炭素含有量の影響

FeAl 層の厚さは Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層が存在する場合には拡散時間  $t$  に伴って増加するが、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層が全て拡散すると飽和する。また、図 3.11 に示した Al 濃度分布のように、拡散時間が 3.6ks 以下では Al 固溶層との界面の Al 濃度が変化することが分かった。このようなことが原因で、FeAl 層の厚さと拡散時間  $t^{1/2}$  では直線関係が成立しないと考えられる。さらに、FeAl 層の厚さの最大値は素地鋼の炭素含有量が増加してもおよそ 50 $\mu\text{m}$  程度であることから、FeAl 層の厚さは主に拡散前の Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層の厚さに依存していると思われる。

一方、Al 固溶層の厚さでは全ての拡散温度において、 $t=kt^{1/2}$ ((1-11)式) の関係が認められた。そこで、2.4.1 節と同様に Al 固溶層の反応速度定数  $k$  について考察を行う。

図 3.20 に図 3.19 の Al 固溶層の厚さと拡散時間の関係の傾きから求めた反応速度定数  $k$  のアレニウス・プロットを示す。純鉄では、 $\ln k$  の値は  $1/T$  に対してほぼ直線関係が成立している。純鉄は  $900^{\circ}\text{C}$  以下でフェライト単相であるが Al 固溶層の形成に及ぼす相変態の影響は小さいことが分かる。直線の傾きから算出した反応の活性化エネルギー  $E_A$  の値は  $223\text{kJ/mol}$  であった。この値は Kobayashi らの研究[1]の  $260\text{kJ/mol}$  と同程度である。

一方、0.25C-steel および 0.45C-steel では、 $950^{\circ}\text{C}$  以上のオーステナイトの状態での拡散を行った場合には、傾きは純鉄とほぼ同程度で  $E_A$  はそれぞれ  $214\text{kJ/mol}$  および  $232\text{kJ/mol}$  である。ところが、 $850^{\circ}\text{C}$  以下のフェライト-オーステナイトの 2 相組織の状態での拡散を行った場合、 $\ln k$  の値は減少し傾きは大きくなっている。 $850^{\circ}\text{C}$  以下における傾きから求めた  $E_A$  はそれぞれ  $516\text{kJ/mol}$ 、 $500\text{kJ/mol}$  であり 2 倍以上増加している。

FCC 構造のオーステナイト相はフェライト相よりも多くの炭素を固溶できるため、アルミニウム原子の拡散の拡散に及ぼす影響が小さいが、BCC 構造のフェライト相の炭素原子の固溶限はオーステナイト相に比べて遙かに小さく、鋼中のフェライト相の炭素は常に飽和濃度に達している。このため、フェライト相中におけるアルミニウム原子の拡散の活性化エネルギーは上昇すると考えられる。

このようなことから、0.25C-steel および 0.45C-steel ではフェライト-オーステナイト 2 相の状態での拡散を行った場合、Al 固溶層形成の活性化エネルギーが上昇していると推測される。

### 3.5 小括

熔融アルミニウムめっき後の拡散処理および箔アルミナイジング法を 700°C から 1000°C の温度範囲で行い、Al 含有量の低い合金層の形成に及ぼす拡散条件、素地鋼の炭素含有量の影響について調査し、以下のような結果を得た。

- 1) 熔融アルミニウムめっき鋼の拡散処理および箔アルミナイジングでは、いずれの場合にも初期段階として表面のアルミニウム層が溶解し熔融アルミニウムと素地鋼の拡散によって  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が形成される。その後、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層と素地鋼との拡散により FeAl 層および Al 固溶層が形成される。
- 2) 箔アルミナイジングでは熔融アルミニウムめっきの場合に比べて、ポイドが少なく Al 含有量の低い合金層が短時間の拡散処理で形成された。
- 3) 合金層の Al 濃度と硬さは拡散時間が長くなるほど連続的且つ緩やかに減少する。
- 4) FeAl 層の厚さは  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が存在する場合には増加するが、拡散時間が長くなり  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が全て拡散すると減少する。
- 5) Al 固溶層形成の速度定数  $k$  は純鉄の場合では、全ての拡散温度範囲においてアレニウス・プロット上で直線関係を示し、活性化エネルギー  $E_A$  はおよそ 223kJ/mol であった。
- 6) 素地鋼に 0.25C-steel および 0.45C-steel を用いた場合、素地鋼がオーステナイト単相となる温度範囲では  $E_A$  は純鉄とほぼ同程度であったが、フェライト-オーステナイト 2相となる温度範囲では活性化エネルギーは上昇した。

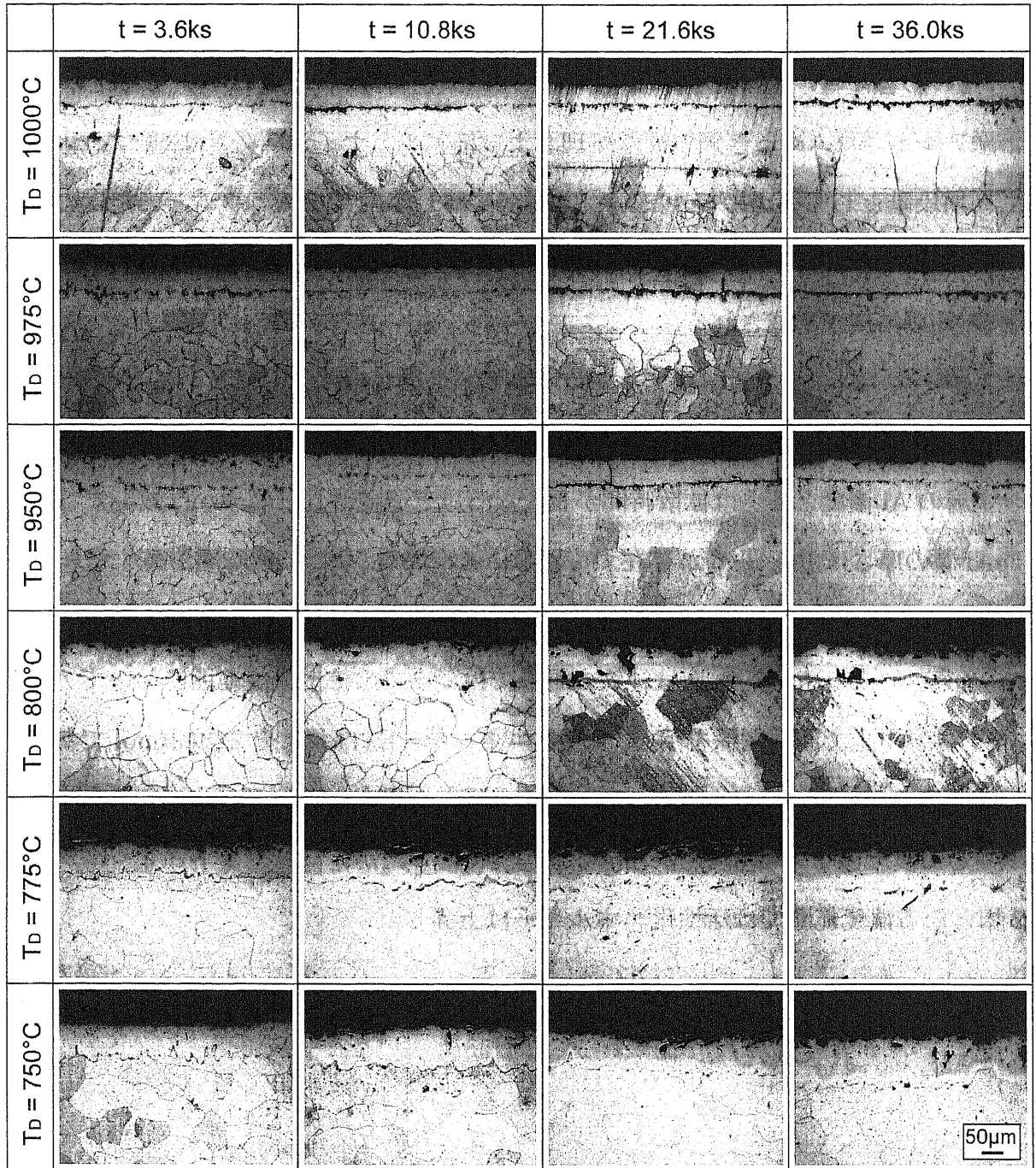


Fig.3.14 Cross-sectional micrographs of Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>/pure iron diffusion couples in a temperature range of 750 to 1000°C.

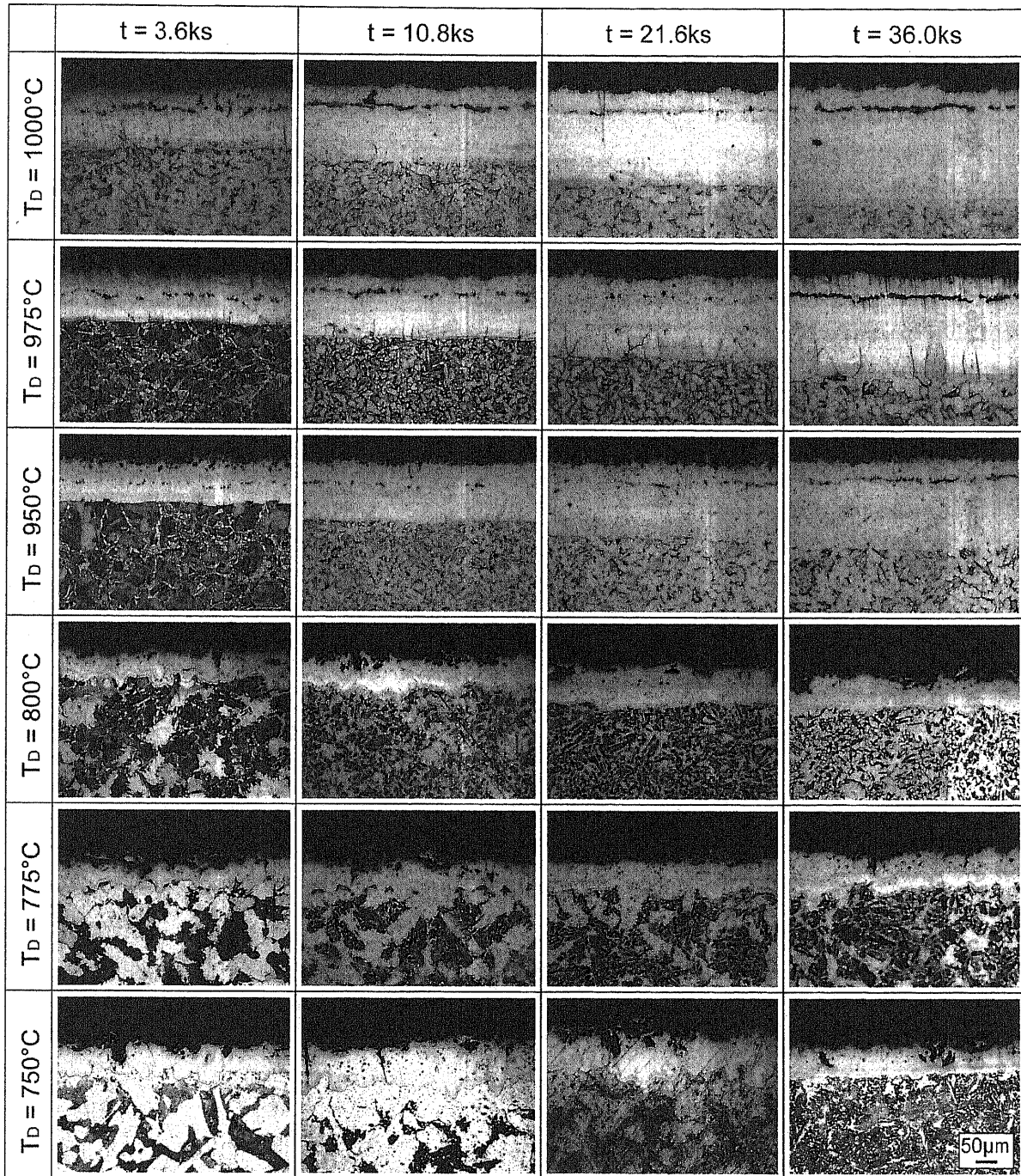


Fig.3.15 Cross-sectional micrographs of  $\text{Fe}_2\text{Al}_5/0.25\text{C}$ -steel diffusion couples in a temperature range of 750 to  $1000^\circ\text{C}$ .



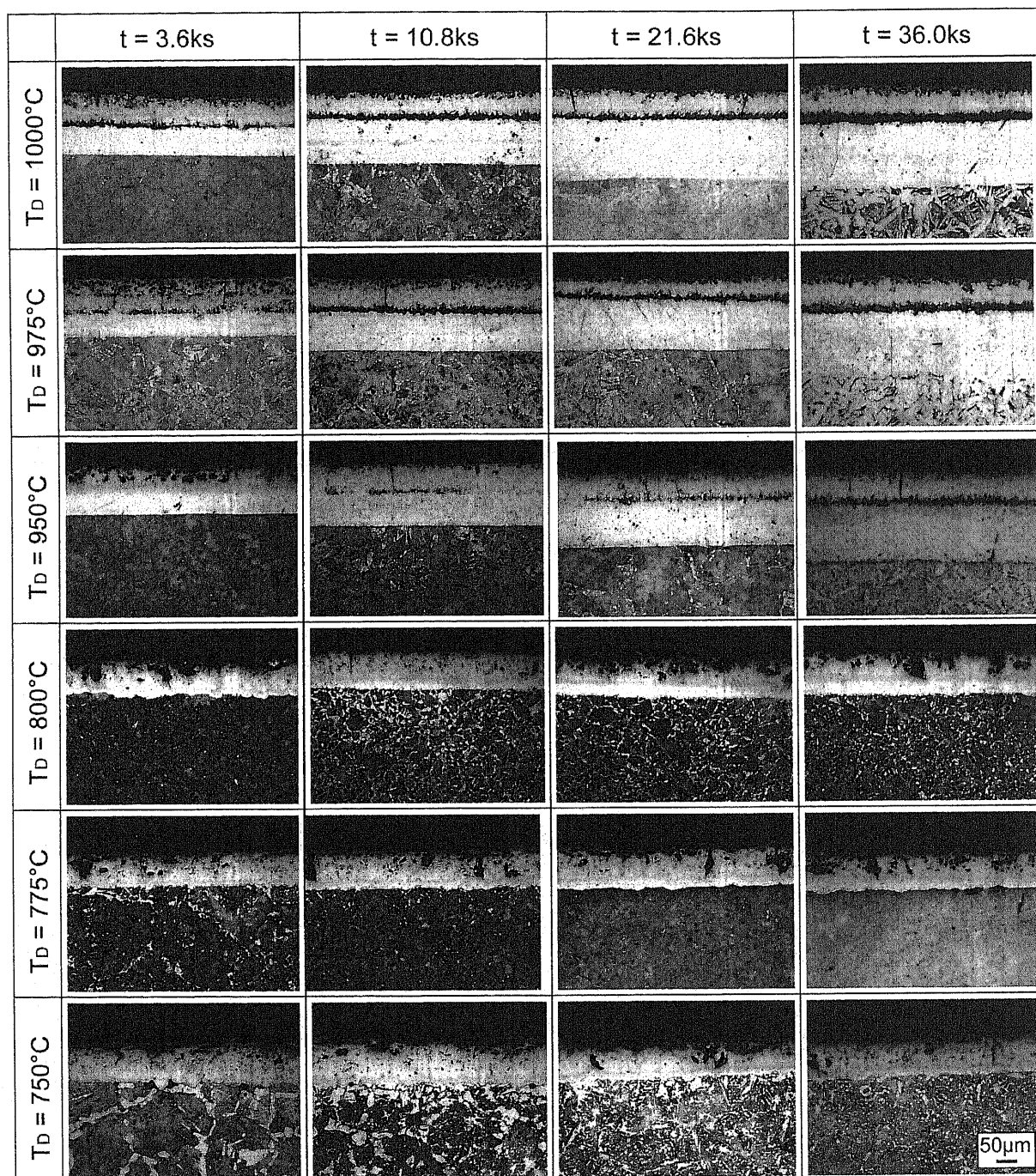


Fig.3.16 Cross-sectional micrographs of Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>/0.45C-steel diffusion couples in a temperature range of 750 to 1000°C.

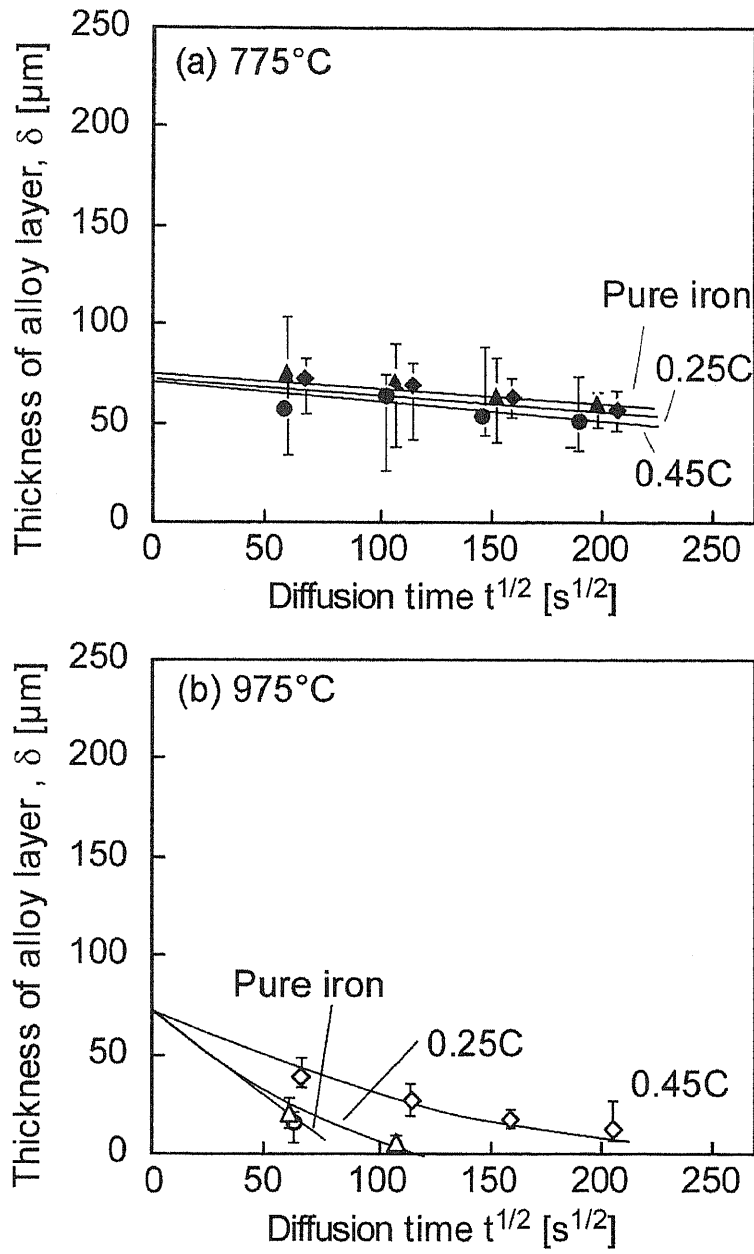


Fig.3.17 The plot of thickness of  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\delta$ , vs. diffusion time,  $t^{1/2}$ .

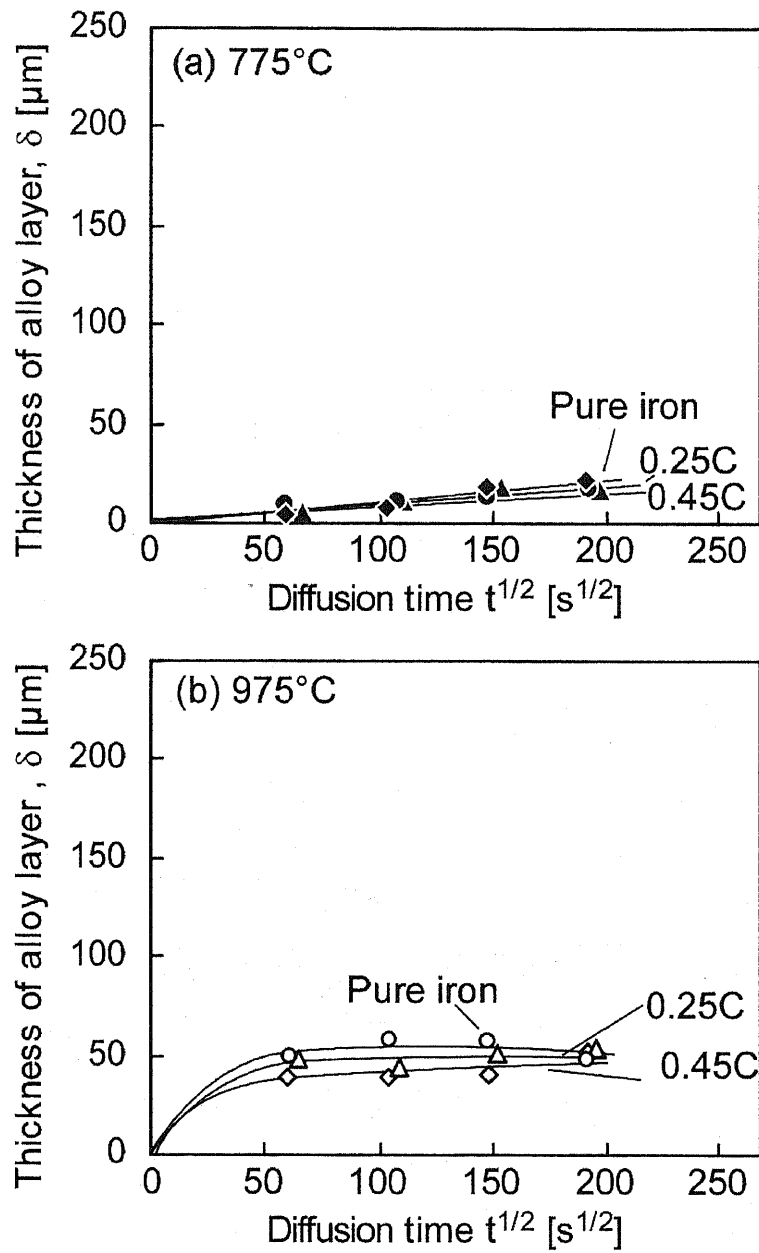


Fig.3.18 The plot of thickness of FeAl,  $\delta$ , vs. diffusion time  $t^{1/2}$ .

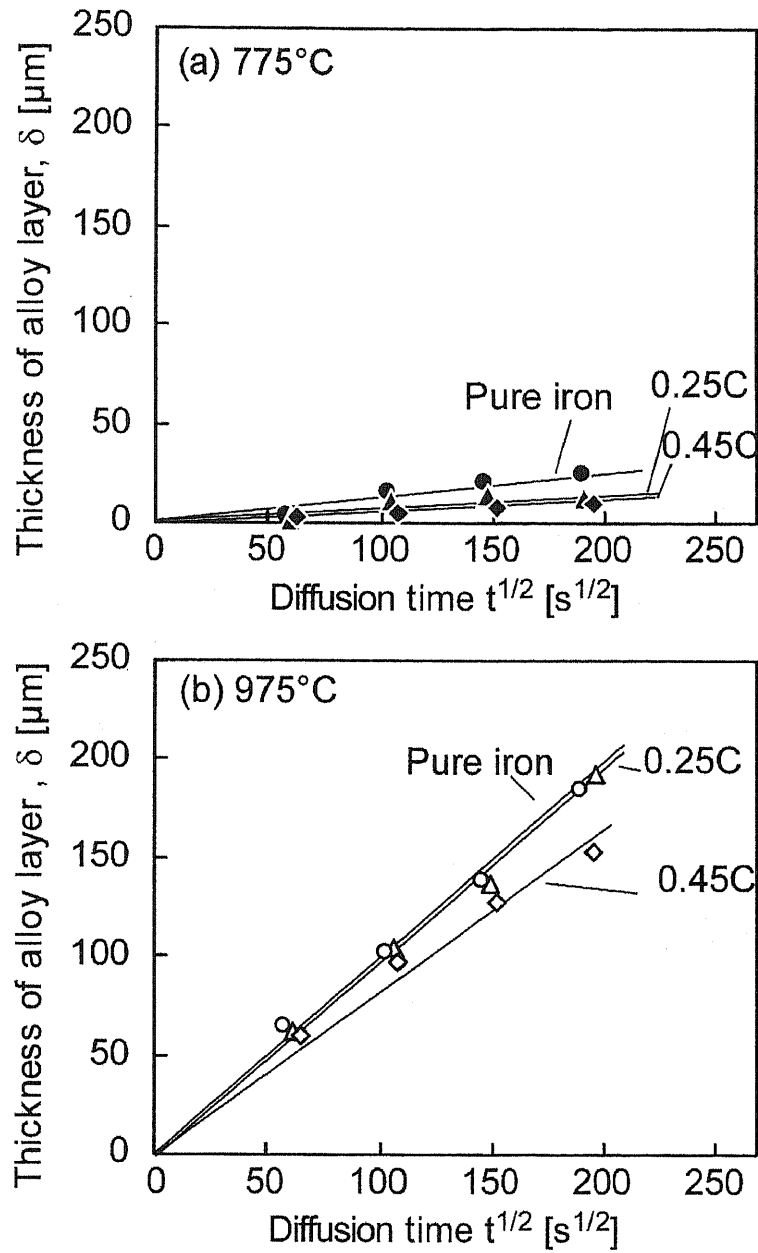


Fig.3.19 The plot of thickness of  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $\delta$ , vs. diffusion time,  $t^{1/2}$ .

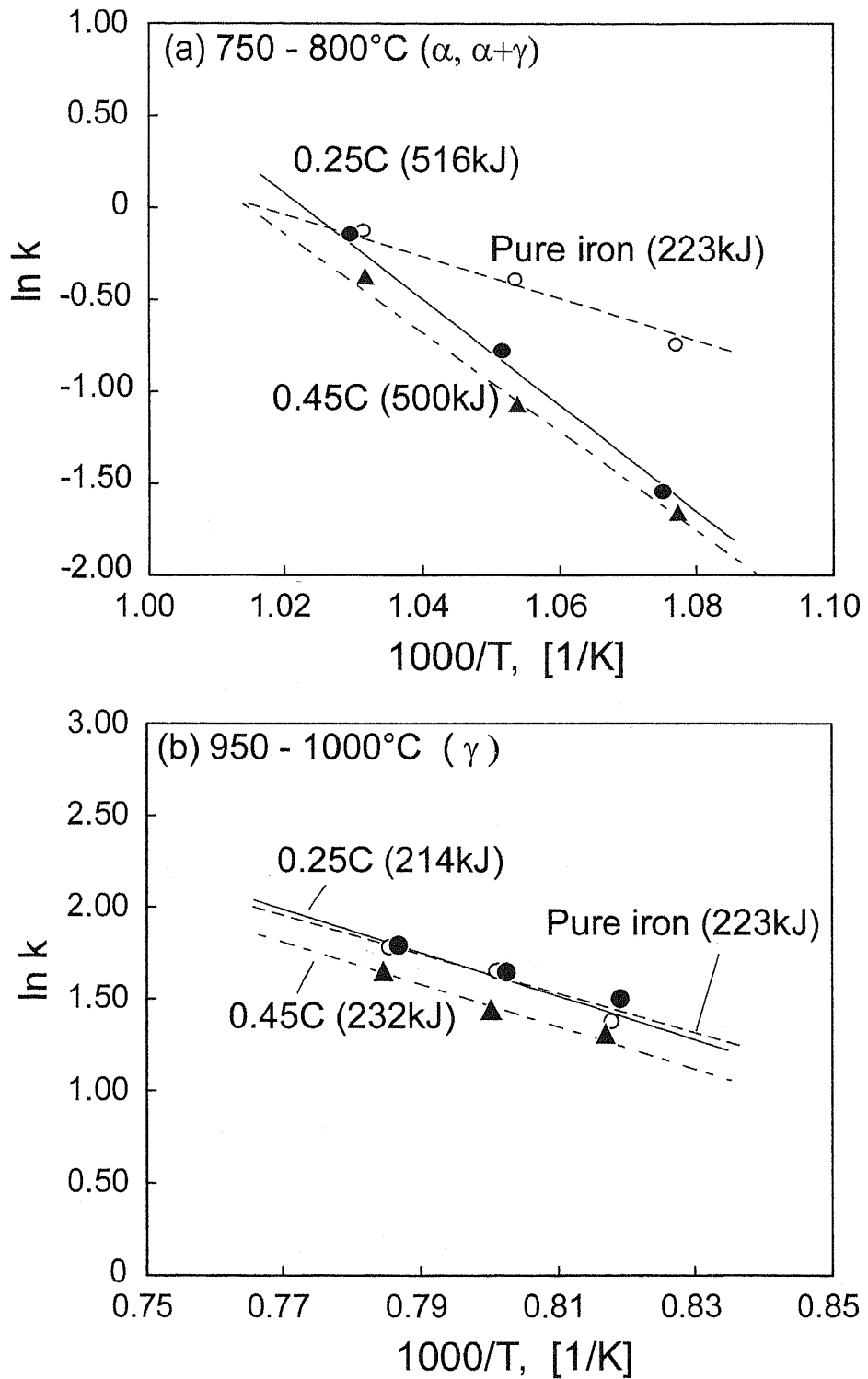


Fig.3.20 Arrhenius plot of the rate constant  $k$  for the growth of an Al diffused layer.

第3章の文献

- [1] S.Kobayashi, T.Yakou: Mater. Sci. Eng., A338(2002)44.
- [2] Y.-J.Li, J.Wang, X.Holly: Mater. Sci. Technol., 19(2003)657.
- [3] M.Suehiro, J.Maki, K.Kusumi, M.Ohgami, T. Miyakoshi: Nippon Steel Technical Report, 88(2003)16.
- [4] Y.Li, Y.Zhang, Y.Liou: J. Mater. Sci., 30(1995)2635.
- [5] A. Bahadur, O.N.Mohanty: Mater. Trans. JIM, 31(1990)948.
- [6] G.Rummel, T.Zumkley, M.Eggersmann, M.Freitag, K.Mehrer: Z.Metallkunde, 86(1995)131.
- [7] M.Eggersmann, H.Mehrer: Philos. Mag., A80(2000)1219.

## 第4章 アルミナイズド鋼の耐摩耗性

## 4.1 緒言

第3章では、アルミニウムめっき鋼を高温で拡散処理した場合、硬く脆い  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  から  $\text{FeAl}$  および  $\text{Al}$  固溶層が形成されることを示した。アルミニウムめっきは主として耐食性の向上に利用されるが、拡散処理によって表面に金属間化合物層を形成させることは、鋼の耐摩耗性向上の手段としても有効であると考えられる。ところで、金属材料の摩耗はその形態や原因によって分類されるが、中でも硬質粒子の削り取りによるアブレシブ摩耗は最も摩耗量が大きく、摩擦する相手材が摩耗特性に与える影響も小さい。そこで、摩耗特性の評価としてアブレシブ摩耗試験を行う。

アブレシブ摩耗において、一般に摩耗抵抗は被摩耗材料の硬さに依存し、硬い材料ほど高い摩耗抵抗を示すことが知られている。硬さと摩耗抵抗の関係は古くから Khruschov[1] を初め種々の材料、熱処理、加工条件について多くの研究がなされてきた[2-11]。焼鈍した純金属の摩耗抵抗と硬さは直線関係にある。炭素鋼では、焼き入れなどの熱処理によって硬さを上昇させても純金属ほど摩耗抵抗は向上しない。また、セメンタイトの体積率が增加するに従って摩耗抵抗は上昇する[12-16]ことが報告されているが、通常の鉄鋼材料ではセメンタイト含有量は20%程度が限界であることもあり、基礎的な観点からの理解は十分にされていない。

以上のような現象は、硬さと摩耗抵抗の関係が単相の純金属の場合やフェライトとセメンタイトからなる鋼のような2相以上の合金の場合などの組織形態によって大きく異なることを示している。一方、金属間化合物の摩耗について調べた研究はほとんどなく、単相の金属間化合物がどのような耐摩耗性を示すかは明らかにされていない。

本章では、アルミナイズド鋼および合金層中に形成される  $\text{Fe-Al}$  系金属間化合物の耐摩耗性を調べるとともに、フェライト-セメンタイト材を作製し、2相状態の鋼の摩耗のメカニズムを明らかにし、一般の純金属および鉄鋼材料の摩耗特性との比較を行う。

## 4.2 実験方法

### 4.2.1 アルミナイズド鋼の3元アブレシブ摩耗試験

アルミナイズド鋼の耐摩耗性は、遊離砥粒による3元アブレシブ摩耗試験によって評価した。素地鋼として、長さ30.0mm、幅25.0mm、厚さ3.0mmの構造用炭素鋼SS400 (C:0.1mass%, Si:0.119mass%, Mn:0.45mass%, P:0.028mass%, S:0.030mass%, 以後0.10C-steelと呼ぶ)を用いた。アルミニウムのめっき厚さを一定にするため、100 $\mu$ mのアルミニウム箔を第3章と同様の方法で接合し、真空中で拡散処理を行い摩耗試験片とした。拡散温度は700°C、800°C、900°Cおよび1000°Cとした。摩耗試験には図4.1に示すように小型縦フライス盤を利用し、回転する円盤の円周上に板状の試験片を固定して、SiC砥粒(平均砥粒径、1700 $\mu$ m)中を回転速度175rpm(速度、0.63m/s)で回転させた。また、比較材としてアルミナイズ処理を施していない素地鋼(0.10C-steel)に対しても同様の摩耗試験を行った。試験片の摩耗試験前の質量 $m_0$ と試験開始後一定時間経過した時の試験片の質量 $m_t$ から、 $t$ 時間後の質量摩耗損失 $W_m$ を、

$$W_m = \frac{m_0 - m_t}{m_0} \times 100(\%)$$

として求めた。

### 4.2.2 Fe-Al系金属間化合物試料の作製

アルミナイズド鋼の合金層に形成される化合物の摩耗特性を調べるため、FeAl<sub>3</sub>、FeAl<sub>2</sub>およびFe<sub>3</sub>Alを含むAl含有量の違う5種類の金属間化合物の単相材を作製した。本実験には、アトマイズ純鉄粉末(純度99.6mass%、平均粉末粒直径60 $\mu$ m)とアトマイズ純アルミニウム粉末(純度99.5mass%、平均粉末粒直径80 $\mu$ m)を用いた。先ず、図1.1のFe-Al系の平衡状態図を参考にして、Table 4.1に示す混合割合を決定した。さらに、両粉末を横型ボールミルを用いてAr雰囲気中で2h混合した後、冷間プレスで圧粉体を作製した。圧粉体をAr雰囲気中でアーク溶解し、金属間化合物の試料を得た。アーク溶解後の室温ま



での冷却の間で、 $\text{FeAl}_2$  および  $\text{FeAl}_3$  では試料内にクラックの発生が認められた。しかし最終的な摩耗試験片はクラックのない部分から作製可能であった。その後、各試料に対して真空中で  $950^\circ\text{C}$ 、48h の均質化焼鈍を行い供試材とした。得られた供試材を X 線回折および既知の硬さを参考にして構造を確認した。

図.4.2 に得られた 5 種類の Fe-Al 系金属間化合物試料を X 線ディフракトメーターによって解析した結果を示す。 $\text{Fe}_3\text{Al}$ 、 $\text{FeAl}$ 、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$  の既知のデータ[17-21]を引用して指数付けを行った。その結果、 $\text{FeAl}_2$  および  $\text{FeAl}_3$  の未解明の領域を除き、いずれも既知の面指数と正確に一致した。

表 4.2 に本実験で得られた Fe-Al 系金属間化合物のビッカース硬さ HV と他の研究者による結果を示す。用いたいずれの試料においてもダイヤモンド圧子への押し付け力が 0.3 N まではクラックの発生は認められず、硬さは  $\text{Fe}_3\text{Al}$  : HV343—HV347,  $\text{FeAl}$  : HV354—HV394,  $\text{FeAl}_2$ :HV900—HV1100,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ :HV960—HV1100,  $\text{FeAl}_3$ :HV900—HV1050 であった。これに対して他の研究者による結果[22-27]は  $\text{Fe}_3\text{Al}$  : HV285—HV350,  $\text{FeAl}$  : HV300—HV640,  $\text{FeAl}_2$  : HV1030,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  : HV800—HV1000,  $\text{FeAl}_3$  : HV990 であり、両者はほぼ一致している。これらの硬さの値はアルミナイズ処理被膜層から引用したものも含まれるが、今回作製したバルク材と硬さの結果とほぼ一致した。図 4.3 は得られた金属間化合物の硬さと Al 含有量の関係を示している。Al 含有量が増加するほど硬さは増加し、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$  では HV900 を超えている。さらに、材料の密度  $\rho$  を密度計を用いて、アルキメデス法[28]で測定した。それらの値は  $\text{Mg/m}^3$  の単位で、 $\text{Fe}_3\text{Al}$ :6.1,  $\text{FeAl}$  : 5.8,  $\text{FeAl}_2$  : 4.4,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  : 4.1,  $\text{FeAl}_3$  : 3.8 であった。

#### 4.2.3 フェライトーセメンタイト材の作製

セメンタイトの含有量が 20%以下の鋼材として、市販の高純度鉄および S45C(C: 0.45 mass%, Si: 0.19 mass%, Mn: 0.71 mass%, P: 0.017 mass%, S: 0.027 mass%)を用いた。S45C は  $900^\circ\text{C}$  で焼き入れ後、 $700^\circ\text{C}$  で 3h の球状化処理を行った。

セメンタイト含有量が20%以上の材料は、純鉄粉末(純度:<99.9%, 粉末粒径:<150 $\mu\text{m}$ ), グラファイト粉末(純度:<99.9%, 粉末粒径:<10 $\mu\text{m}$ ) および Mn 粉末(純度:<99.9%, 粉末粒径:<75 $\mu\text{m}$ ) から、Umemoto らによって開発されたメカニカルアロイングおよび放電プラズマ焼結を用いる方法[29-31]によって作製した。セメンタイトの体積率はそれぞれ 100vol% (セメンタイト), 75vol% (Fe-75vol% $\theta$  材) および 50vol% (Fe-50vol% $\theta$  材) の3種類とした。以上の試料を研磨後、1%硝酸アルコールでエッチングした後の SEM 写真を図 4.4(a)-(d)に示す。セメンタイトには、0.5 $\mu\text{m}$  程度のポイドが認められるが、試験片全体がセメンタイト単相であることを X線解析によって確認した。一方 75vol% $\theta$  材ではセメンタイト母相中にフェライトが存在し、フェライトの部分がエッチングで除かれた組織となっている。セメンタイト体積率が50%以下の材料では逆にフェライトの母相中に粒子状のセメンタイトが存在する状態が認められる。

図.4.5 は作製した5種類の材料の試験片の硬さとセメンタイトの体積率 VF の関係である。VFが増加するほど硬さは上昇し、セメンタイトの硬さは HV1100 以上となっている。以上の材料の密度および熱履歴を Table 4.3 にまとめて示す。

#### 4.2.4 2元アブレシブ摩耗試験

Fe-Al 系金属間化合物およびフェライト-セメンタイト材の摩耗試験は図.4.6 に示すような pin-on-table test 方式の2元アブレシブ摩耗試験によって行った。上述の試料から 4 $\times$ 4 $\times$ 3 mm  $\pm$  0.01 mm の形状を切り出し、4 $\times$ 4 の面を#1500 の研磨紙で研磨後、エタノールで脱脂した。試験片を図.4.6 に示す holder に固定し、静荷重下でテーブル上に固定した研磨紙上を 100mm 摩擦させた。試験は常に新しい研磨紙を用いて合計 50 回繰り返し(合計摩擦距離 5.0m), 試験片の質量減少量と密度から体積摩耗量を算出した。テーブルの移動速度は  $2.0 \times 10^{-2}$  m/s, 押付け荷重は 100 g, 250 g, 500 g, 1 kg および 2 kg (試験片への見かけ上の圧力は 0.06 MPa, 0.15 MPa, 0.31 MPa, 0.61 MPa and 1.23 MPa,)とした。これらの押付け圧力は、最も軟らかい純鉄の降伏応力の 102MPa の 1/100 程度であった。

研磨紙砥粒にはアルミナ系（砥粒の硬さ：およそ 2100HV）を用い、平均砥粒径は 48  $\mu\text{m}$  (#320)とした。図 4.7 に本実験に用いた研磨紙の SEM 写真を示す。

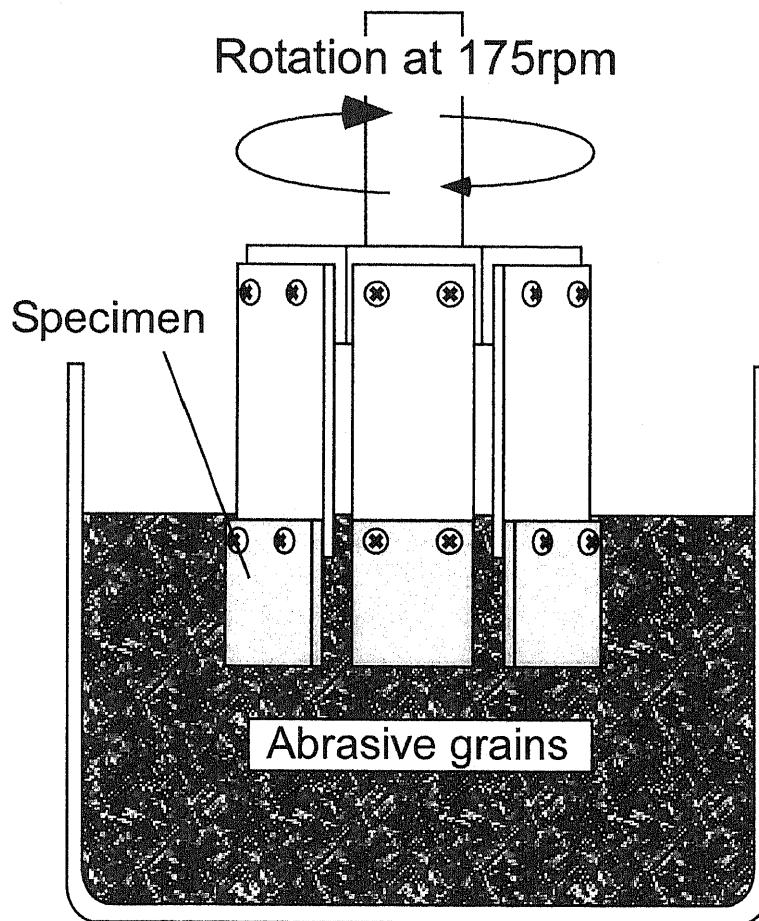


Fig.4.1 Schematic illustration of three body abrasive wear test.

Table 4.1 Chemical composition of Fe-Al alloy specimens.

Alloys	Composition(mass%Al)
Fe <sub>3</sub> Al	16.0
FeAl	25.0
FeAl <sub>2</sub>	48.5
Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	55.0
FeAl <sub>3</sub>	60.0

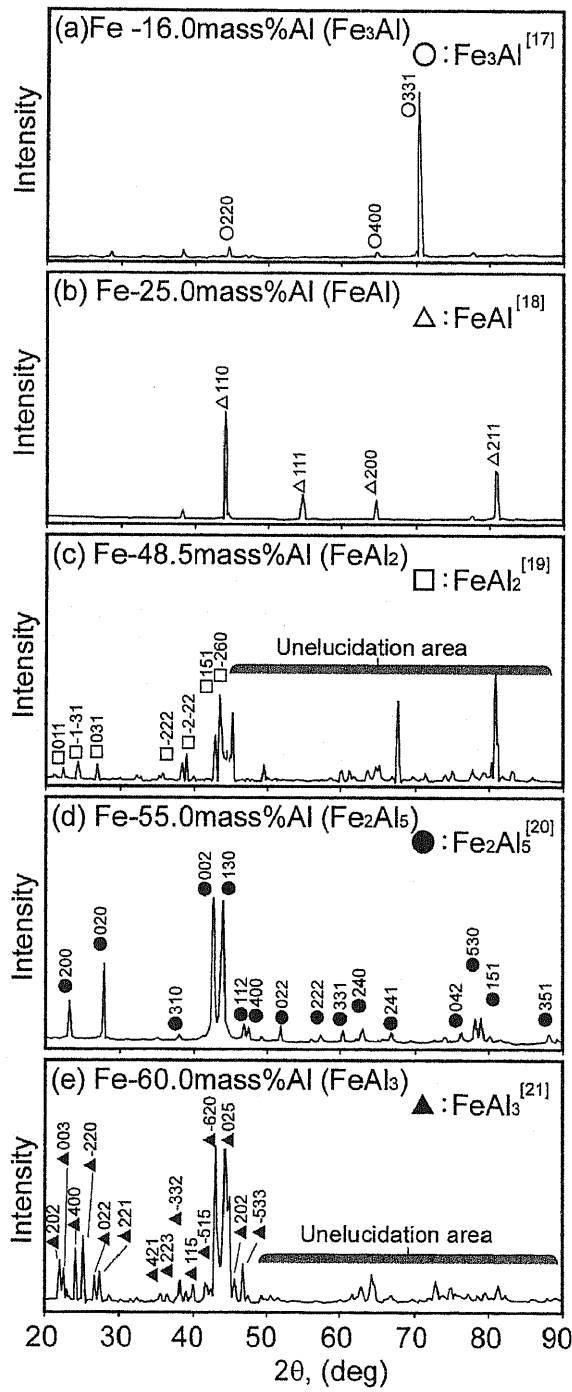


Fig 4.2 X-Ray diffraction patterns in Fe-Al alloys with various Al contents.

Table 4.2 Vickers hardness of Fe-Al alloys with various Al content.

Alloys	Present result (HV)	Referenses (HV)
Fe <sub>3</sub> Al	343 - 347	285 - 350 [22-24]
FeAl	354 - 394	300 - 640 [22,25,26]
FeAl <sub>2</sub>	793 - 1055	1030 [22]
Fe <sub>2</sub> Al <sub>5</sub>	950 - 1050	880 - 1000 [22,25,27]
FeAl <sub>3</sub>	830 - 1010	990 [22,27]

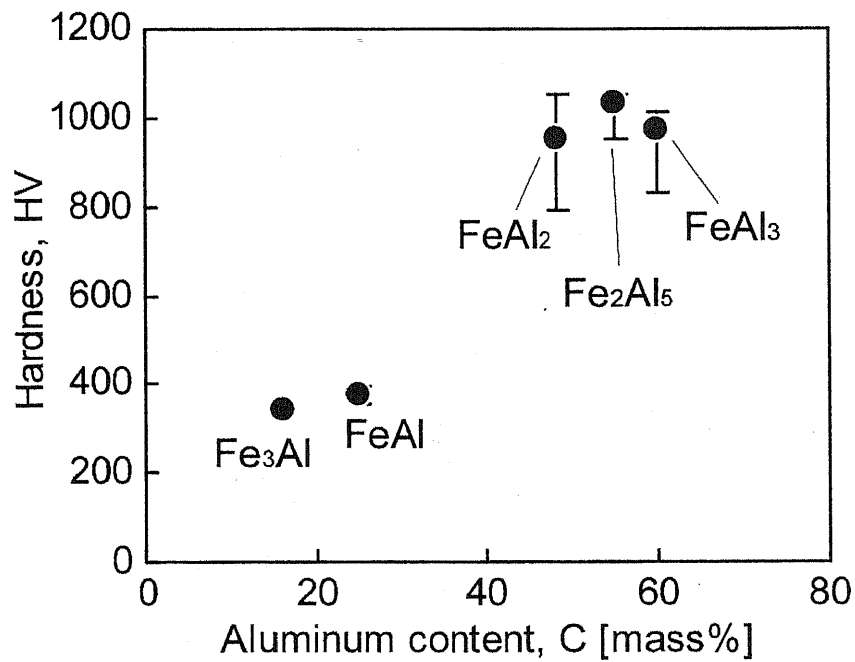


Fig. 4.3 Relationship between hardness and Al content, C, of Fe-Al alloys.

Table 4.3 Densities and heat treatment conditions of specimens.

Specimen	Density (Mg/m <sup>3</sup> )	Heat treatment
Cementite	7.50	Mechanical alloying and spark plasma sintering[29-31]
Fe-75% $\theta$	7.71	
Fe-50% $\theta$	7.72	
S45C(7% $\theta$ )	7.88	Hardened at 1173 K and spheroidized at 973 K for 10.8 ks
Pure iron	7.98	Annealed at 1273 K for 3.6 ks

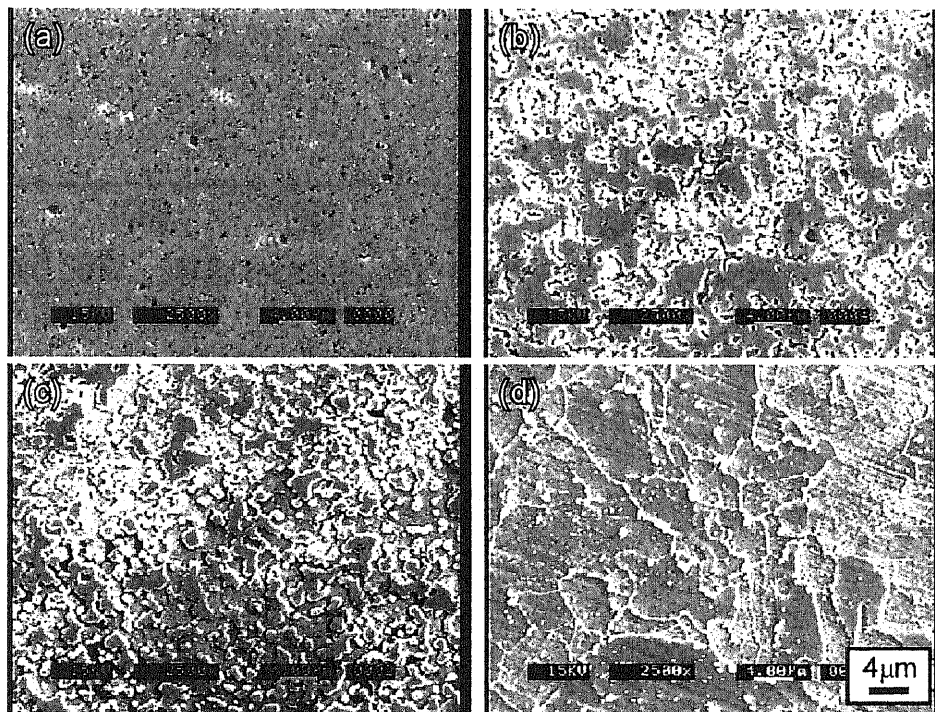


Fig.4.4 SEM microstructures of specimens. (a), (b), (c) and (d) are bulk cementite, Fe-75% $\theta$ , Fe-50% $\theta$  and S45C, respectively.



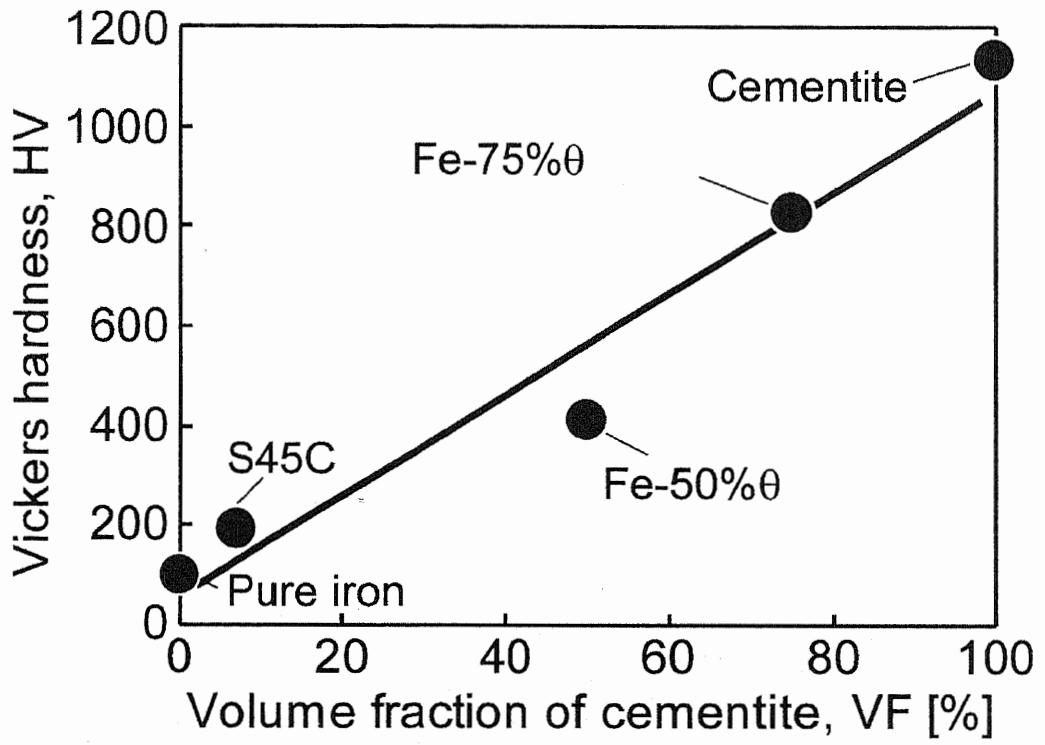


Fig.4.5 Vickers hardness of the test specimens.

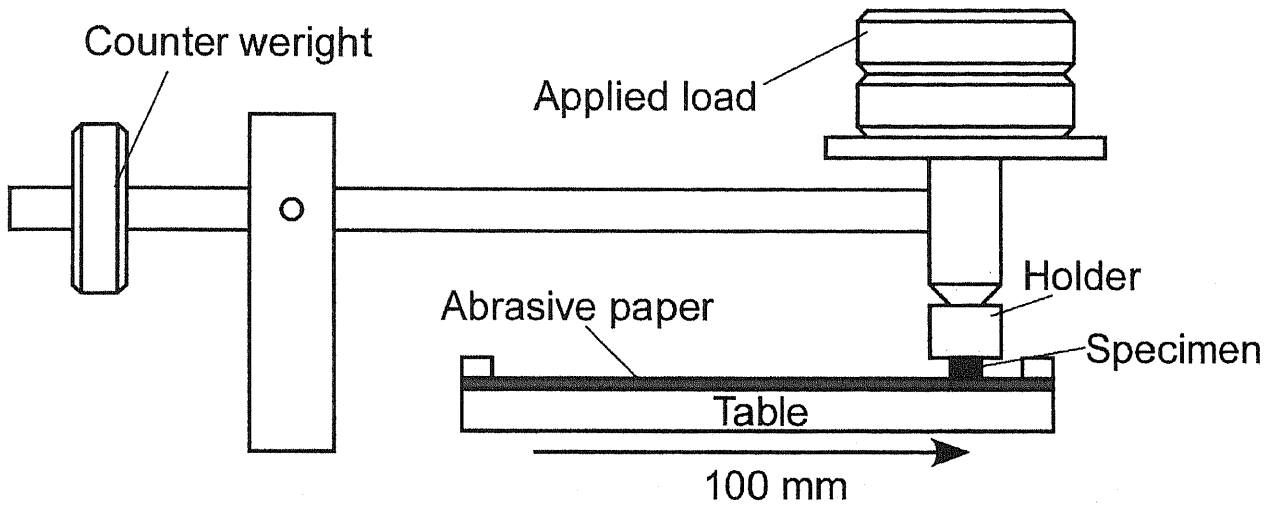


Fig.4.6 Schematic diagram of wear tester.

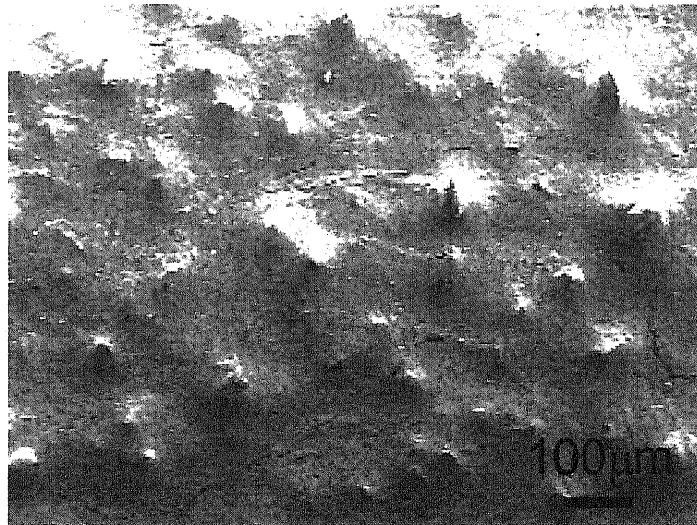


Fig.4.7 Surface of the abrasive paper used in the wear test.

### 4.3 実験結果

#### 4.3.1 アルミナイズド鋼の摩耗特性

図.4.8 に箔アルミナイズド鋼の質量摩耗損失  $W_m$  と摩耗距離  $L$  の関係を示す。素地鋼の試験終了時の摩耗率は 0.30%程度であるのが、アルミナイズド鋼で合金層を形成することで摩耗率は4分の1程度まで減少している。また、アルミナイズド鋼では、拡散処理温度  $T_D$  が高くなるに従って  $W_m$  が減少している。

アルミナイズド鋼断面硬さ分布をそれぞれ図.4.9 に示す。図中の記号はクラックが生じた場合に×でクラックが生じなかった場合には○で示した。前章でも述べたように圧痕近傍に脆性的なクラックが生じる場合には、硬さは見かけ上低くなる。拡散温度  $T_D$  が  $800^{\circ}\text{C}$  以下で形成される合金層は主に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層であるため、表面付近はクラックの発生が多く、硬さも素地鋼との界面で急激に減少する。拡散温度が高くなると、最も表面では  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層であるが、 $\text{FeAl}$  層および  $\text{Al}$  固溶層の厚さが増加し硬さは緩やかに減少している。

図 4.10 に摩耗試験後のアルミナイズド鋼処理材の先端部の断面写真を示す。砥粒は回転する試験片の前方から衝突するためコーナー部が優先的に摩耗している。拡散温度が高く  $\text{Al}$  固溶層および  $\text{FeAl}$  の厚さが増加するほど摩耗は軽減され、エッジ部の形状が維持されていることが分かる。 $T_D=1000^{\circ}\text{C}$  では、摩耗は素地鋼まで達していない。

以上の結果から、 $900^{\circ}\text{C}$  以上の箔アルミナイズド鋼法によって、 $\text{Al}$  含有量の低い  $\text{Al}$  固溶層や  $\text{FeAl}$  が形成させたアルミナイズド鋼の耐摩耗性は、 $800^{\circ}\text{C}$  以下の拡散処理による  $\text{Al}$  含有量の高い  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  を主体とした合金層を有するアルミナイズド鋼よりも大きいことが分かる。

#### 4.3.2 Fe-Al 系金属間化合物の摩耗特性

図.4.11 に5種類の Fe-Al 系金属間化合物をアルミナ系研磨紙上で 5.0m 摩耗させたときの摩耗体積  $V$  と押付け圧力  $P$  との関係を示す。体積摩耗量  $V$  は押付け圧力  $P$  に対してほぼ直線的に増加している。また、 $\text{Al}$  含有量が 48%以上の  $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$  の硬

さは HV800 以上であり, FeAl, Fe<sub>3</sub>Al よりも硬いにもかかわらず, 全ての押付け圧力において, 摩耗量は FeAl, Fe<sub>3</sub>Al より大きくなっている. 被摩耗材料の硬さが増加するほどアブレシブ摩耗抵抗が大きくなることは純金属や鋼などの金属材料に対して確認されている[1-12]. ところがこれらの結果は硬い Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> よりも Fe<sub>3</sub>Al, FeAl などの比較的軟らかい金属間化合物の方が摩耗し難いことを示している.

#### 4.3.3 フェライト-セメンタイト材の摩耗特性

図.4.12 はバルクセメンタイトおよび過剰セメンタイト含有材をアルミナ系研磨紙上で 5.0m 摩耗させたときの摩耗体積 V とセメンタイトの含有率 VF との関係である. いずれの押付け圧力の下でも, VF が高くなるに従って V は減少している. この傾向は VF=60 以下では押付け圧力が高くなるに従って顕著になるが, VF=60%以上では VF 依存性が緩やかになる傾向がある. また, 各材料の摩耗に及ぼす押付け圧力の効果は, いずれの場合にも押付け圧力が高いほど摩耗体積も大きくなっていることがわかる.

図 4.13 はフェライト-セメンタイト材の体積摩耗量 V と押付け圧力 P の関係である. 体積摩耗量 V は押付け圧力 P が 0.61MPa まではほぼ直線的に増加している. しかし, 純鉄 (VF=0%) および S45C(VF=7%)では, 押付け圧力 P が 1.23MPa になると V は直線関係よりわずかに下側にずれる. これは, 高い押付け圧力下において研磨紙上の砥粒の脆性破壊や被摩耗材料の凝着によって, 摩耗量が低下するためであると思われる. 対称的に, セメンタイト (VF=100%) では押付け圧力 P=1.23MPa で V は直線関係よりも大きくなっている.

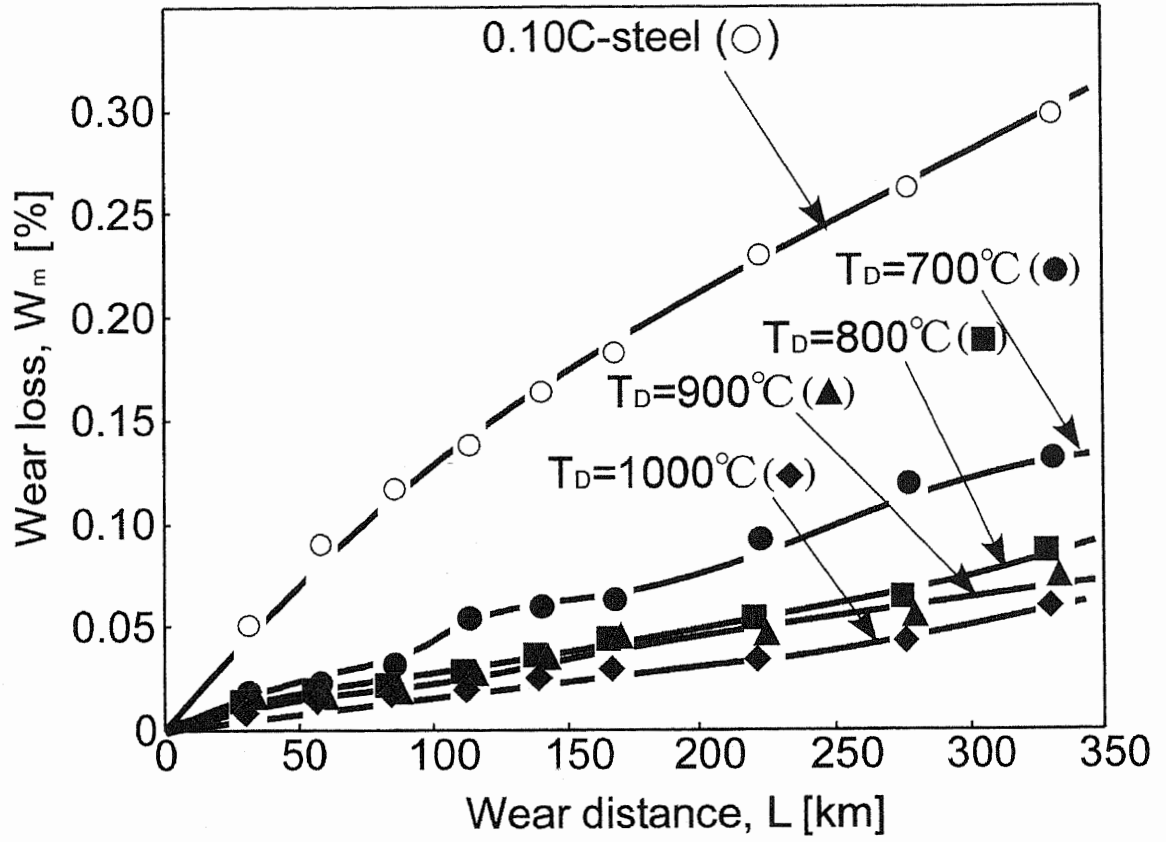


Fig.4.8 Relationship between wear rate,  $W_m$ , and wear distance,  $L$ .

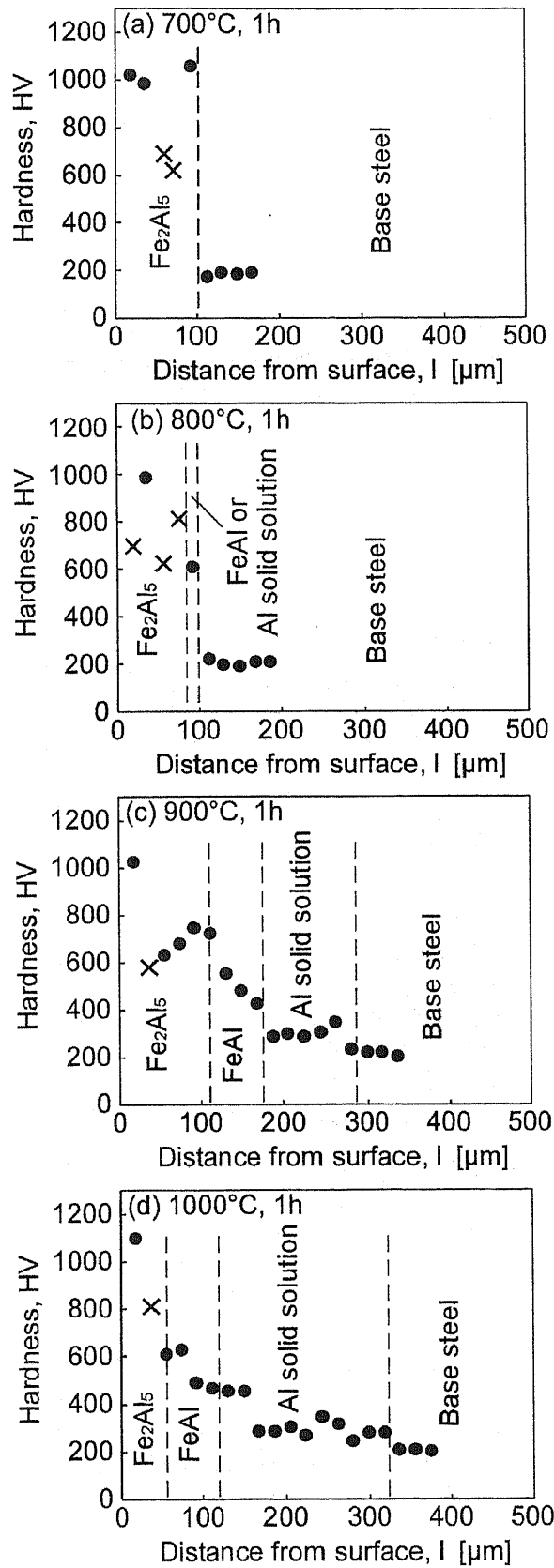


Fig.4.9 Hardness from surface to substrate for aluminized steel.

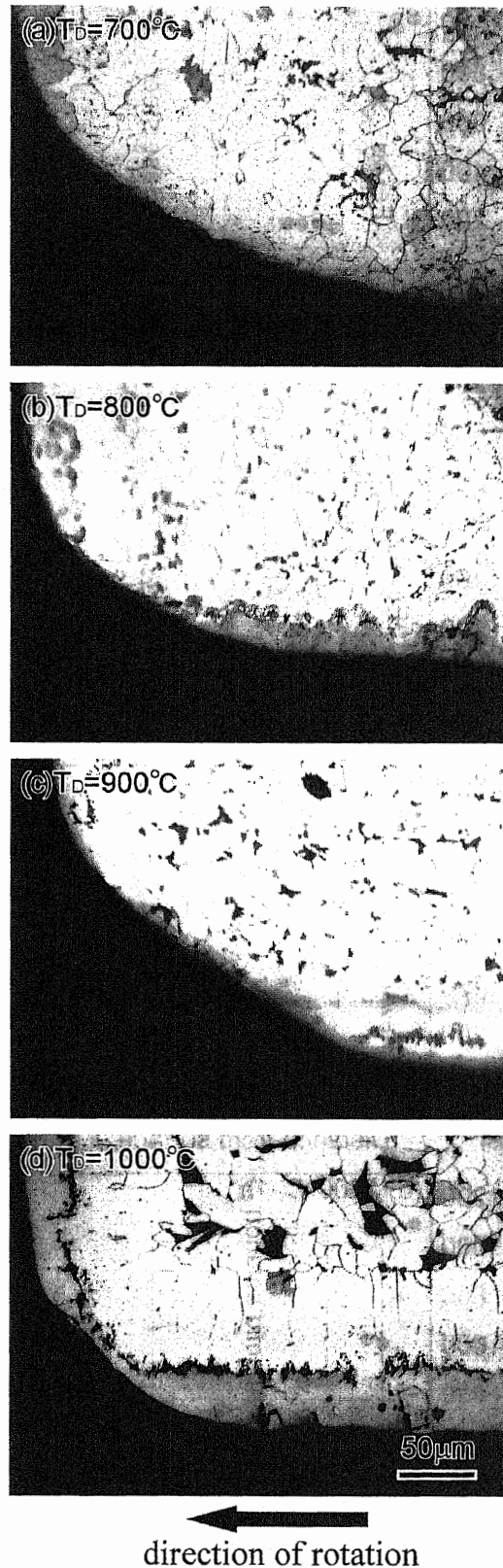


Fig.4.10 Cross sectional micrographs of three-body abrasive wear tested specimens.

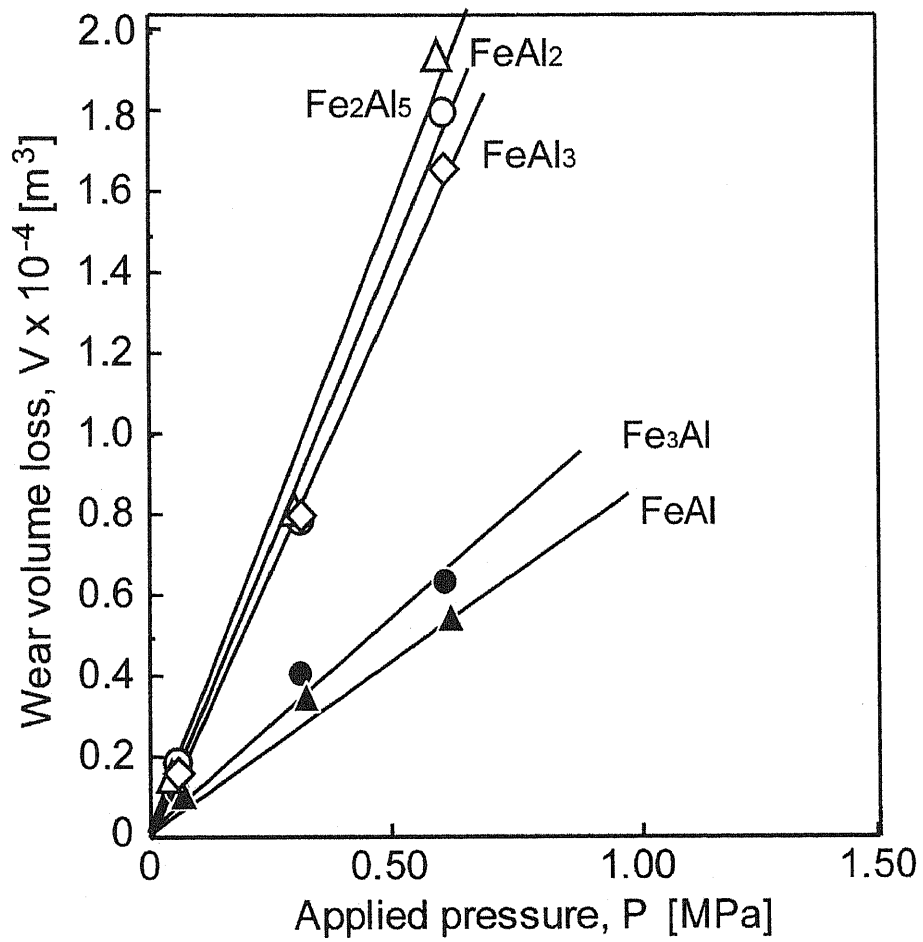


Fig. 4.11 Relationship between wear volume of ferrite-cementite specimen,  $V$ , and applied pressure,  $P$ .



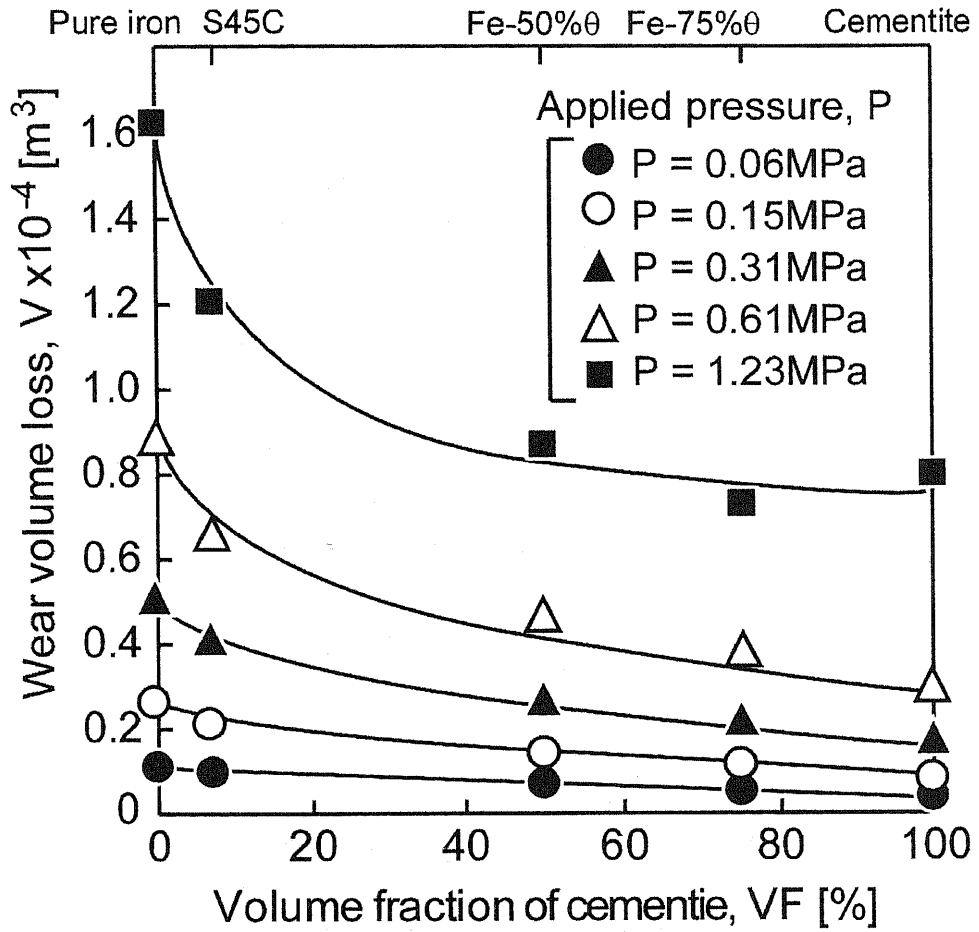


Fig.4.12 Relationship between wear volume,  $V$ , and cementite volume fraction,  $VF$ .

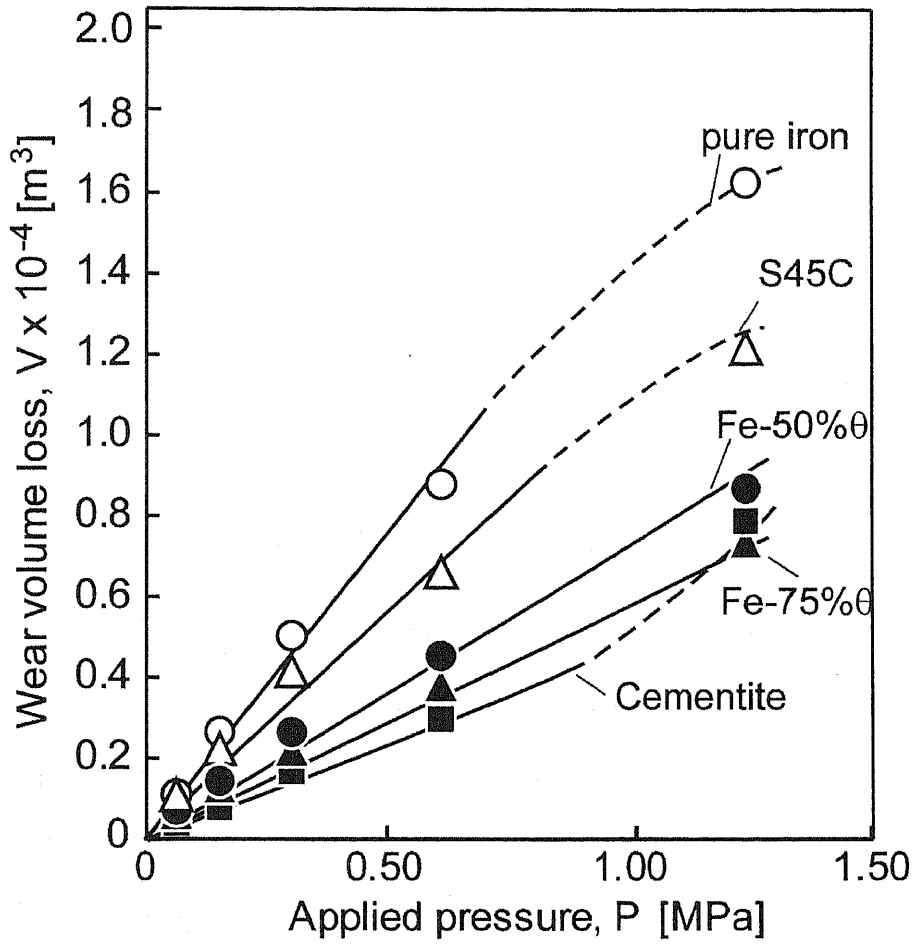


Fig.4.13 Relationship between wear volume of ferrite-cementite specimen,  $V$ , and applied pressure,  $P$ .

## 4.4 考察

## 4.4.1 摩耗抵抗と硬さの関係

金属材料のアブレイブ摩耗は古くから被摩耗材の硬さとの関連から議論されてきた。そこで本実験の場合にも、Khrushchov[1]が示した硬さと摩耗抵抗の関係について考察を行う。図.4.11 および図.4.13 にも示したように摩耗体積  $V$  は押付け圧力  $P$  が高いほど著しく、摩耗距離が長くなるほど大きくなる。そこで、これらの因子の影響を除くため、摩耗体積  $V$  を摩耗距離  $L$  と押付け圧力  $P$  で割り比摩耗量  $W_R$  を求めた。すなわち、比摩耗量  $W_R$  を次のように定義する。

$$W_R = \frac{V}{PL} \quad (\text{m}^3/\text{MPa} \cdot \text{m})$$

また、比摩耗量  $W_R$  の逆数  $1/W_R$  は摩耗抵抗と呼ばれ[1]、純金属では摩耗抵抗  $1/W_R$  は硬さに比例することが明らかにされている[1-11]。図 4.14 に押付け圧力を変えた時の各材料の摩耗抵抗  $1/W_R$  と硬さとの関係を示す。押付け圧力  $P$  が 0.15MPa 以下では、材料の硬さに対して摩耗抵抗  $1/W_R$  は直線的に上昇している。フェライト-粒状セメンタイト構造またはフェライト-パーライトの組織を持つ鋼では、硬さと摩耗抵抗の間には直線関係が成立することが報告されている[12-16]。今回の結果でも、バルクセメンタイトや過剰セメンタイト含有材も純金属や S45C (粒状セメンタイト) は同一直線上の耐摩耗性を示している。

一方、 $\text{Fe}_3\text{Al}$  および  $\text{FeAl}$  の摩耗抵抗は全ての押付け圧力でこの直線よりも高くなっている。しかし、Al 含有量が 48%以上の  $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$  の摩耗抵抗はフェライト-粒状セメンタイト構造材や Al 含有量の低い金属間化合物に比べて遙かに低い。また、フェライト-セメンタイト材においても、 $P$  が 0.31MPa 以上になると、HV600 以上の Fe-75vol% $\theta$  材およびバルクセメンタイトの摩耗抵抗は直線から下方向に外れている。すなわち、これらの材料では硬さから予測されるよりも摩耗が激しくなることを示している。このことから、硬さがおよそ 600HV 程度以上の硬い材料を、ある押付け圧力以上でアブ

レシブ摩耗した場合には、アブレシブ摩耗が材料の硬さから予測されるより著しくなる現象が一般に存在しそうである。

#### 4.4.2 硬い材料の摩耗量が増加する原因

前節では、いずれの条件においても、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ および $\text{FeAl}_3$ のAl含有量の高い化合物やセメントナイトなどの硬い材料の摩耗抵抗が減少する傾向が認められた。この結果は「材料が硬いほど摩耗し難い」という金属材料で認められている結果とは異なる。そこでこの原因を調べるために、摩耗試験時の試料表面をSEM観察した。

図4.15(a)は押付け圧力0.31MPaで摩耗させた時のFe-Al系金属間化合物のSEM写真である。(a)の $\text{Fe}_3\text{Al}$ や(b)の $\text{FeAl}$ では、延性的な材料で認められるなめらかに掘り起こされた溝が確認できる。この様な場合には、図4.16(a)に示すように材料は砥粒に削り取られることによって摩耗するために、材料の摩耗量は砥粒による切り込み深さによって決まり、摩耗抵抗はビッカース圧子による押し込み硬さの値に依存すると考えられる。これに対して、図4.15(c)の $\text{FeAl}_2$ 、(d)の $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 、(e)の $\text{FeAl}_3$ の場合には摩耗面が脆性的に割れている様子が認められる。被摩耗材料がこのような割れを生じる場合には、図4.16(b)材料は砥粒との衝突による脆性破壊によって摩耗すると考えられる。このため、これらのAl含有量の高い金属間化合物では摩耗抵抗が硬さから予測されるよりも遙かに低い値を取ったと考えられる。

一方、押付け圧力が高い場合に摩耗抵抗が減少したセメントナイトの摩耗面を図4.17に示す。図4.17(a)のPが0.06MPaの場合では、バルクセメントナイト表面は砥粒によって直線的に削り取られた溝が認められる。また、図4.18(a)はこのことをさらに観察するため、途中まで摩耗させた表面を観察したもので、流れ型に流出している切り屑の様子が認められる。しかし、図4.17(b)のPが1.23MPaの場合ではバルクセメントナイト表面は割れが生じ、脆性的な摩耗面となっている。この場合にも摩耗途中の様子をSEMで観察した。図4.18(b)がその結果である。途中で摩耗を止めた表面であるが、脆性的な割れの切り屑が認められ

る。このことから押付け圧力  $P$  が高い摩耗条件下では、砥粒の切り込みによって材料が脆性破壊したために、摩耗抵抗が減少したことがわかる。

図4.19は、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 、および $\text{FeAl}_3$ を本実験で採用した研磨紙よりも小さい平均砥粒径 $d=10\mu\text{m}$ の研磨紙上で押付け圧力 $P=0.06\text{MPa}$ で摩耗させた時のSEM写真である。研磨紙の砥粒径が小さくなると同一荷重下においても、単位砥粒当たりの荷重が減少するため、実際の砥粒の切り込み量は小さくなることから、押付け圧力がさらに低い場合と仮定できる。このような条件下では、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 、および $\text{FeAl}_3$ でもなめらかな流れ型の研磨溝が認められた。

4.3 節においてアルミナイズド鋼の耐摩耗性は拡散温度が高く Al 含有量が低い合金層を有するほど耐摩耗性に優れることがわかった。この結果も、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 層が砥粒との衝突により脆性的に破壊しやすいことが原因と思われる。以上のことから、Al 固溶層および  $\text{FeAl}$  層の形成は  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層よりも耐摩耗性の向上に有効であることわかる。

#### 4.4.3 Fe-Al 系金属間化合物の耐摩耗性

図 4.20 に本研究の摩耗抵抗と種々の熱処理、炭素含有量で硬さを変えて鋼の 2 元アブレシブ摩耗試験を行った過去の研究者等の結果[12-13]と本研究の比較を行った結果を示す。摩耗試験時の条件は研究者によって異なるため、摩耗抵抗は 0.8% C の鋼の焼鈍材の摩耗抵抗で規格化した相対値によって行った。本実験で測定した S45C やセメンタイト含有量が 75% 以下の過剰セメンタイト含有材では焼き入れや熱処理によって硬さを上昇させた鋼と同程度の摩耗抵抗であることが分かる。

一方、2 元アブレシブ摩耗試験において、比較的高い耐摩耗性を示した  $\text{Fe}_3\text{Al}$ 、 $\text{FeAl}$  は同じ硬さの鉄鋼材料と同程度の耐摩耗性を示すが、純金属の硬さと摩耗抵抗の直線関係よりは低く、純金属ほどの摩耗抵抗の上昇は期待できないことが分かる。また、摩耗条件によって脆性破壊を生じた Al 含有量の高い金属間化合物 ( $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$ ) では、鋼や純金属の耐摩耗性に比べて遙かに低い。

## 4.5 小括

アルミナイズド鋼中に形成される Fe-Al 系金属間化合物およびフェライト-セメンタイト材を作製し 2 元アブレシブ摩耗試験を行い両者の耐摩耗性の比較を行った。さらに、アルミナイズド鋼の耐摩耗性を 3 元アブレシブ摩耗試験によって評価した。得られた結論は以下の通りである。

- 1) アルミナイズド鋼のアブレシブ摩耗抵抗は、拡散処理温度が高く、FeAl 層および Al 固溶層が厚い材料ほど高くなることが分かった。
- 2) Fe-Al 系金属間化合物の 2 元アブレシブ摩耗における摩耗量は、摩耗時の押付け圧力が高いほど直線的に増加した。しかし、全ての押付け圧力で FeAl<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> および FeAl<sub>3</sub> の摩耗量は、FeAl、Fe<sub>3</sub>Al より多くなった。
- 3) フェライト-セメンタイト材においても摩耗時の押付け圧力が 0.31MPa 以下では、摩耗量は、押付け圧力に対して直線的に増加した。しかし、セメンタイト体積率が 75% 以上の材料では、押付け圧力が 0.61MPa 以上になると摩耗量が直線よりも大きくなった。
- 4) Fe-Al 系金属間化合物のアブレシブ摩耗抵抗は FeAl、Fe<sub>3</sub>Al では、フェライト-セメンタイト材の硬さとアブレシブ摩耗抵抗の関係よりも高い値を示すが、HV600 以上の FeAl<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> および FeAl<sub>3</sub> の摩耗抵抗は逆に低くなった。
- 5) また、フェライト-セメンタイト材のアブレシブ摩耗抵抗は押付け圧力が 0.31MPa 以上では、HV600 以上の材料の摩耗抵抗が減少し、硬さに対して直線関係を示さなかった。
- 6) HV600 以上の材料の摩耗抵抗が硬さから予測されるよりも低くなる原因は、押付け圧力が高い場合に脆性破壊型の摩耗が生じ、摩耗が促進されるためであることが分かった。

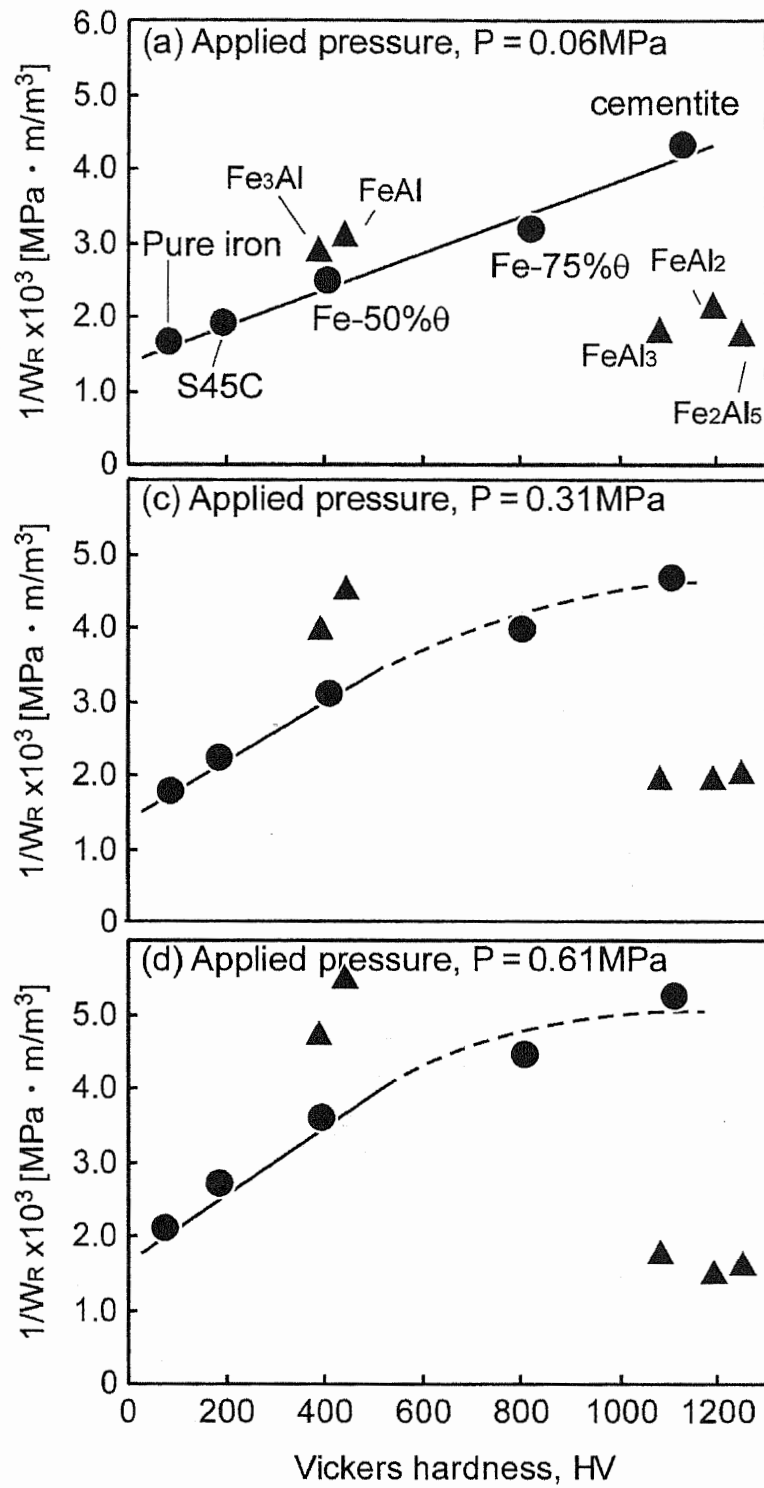


Fig.4.14 Relationship between wear resistance,  $1/W_R$ , and Vickers hardness, HV.

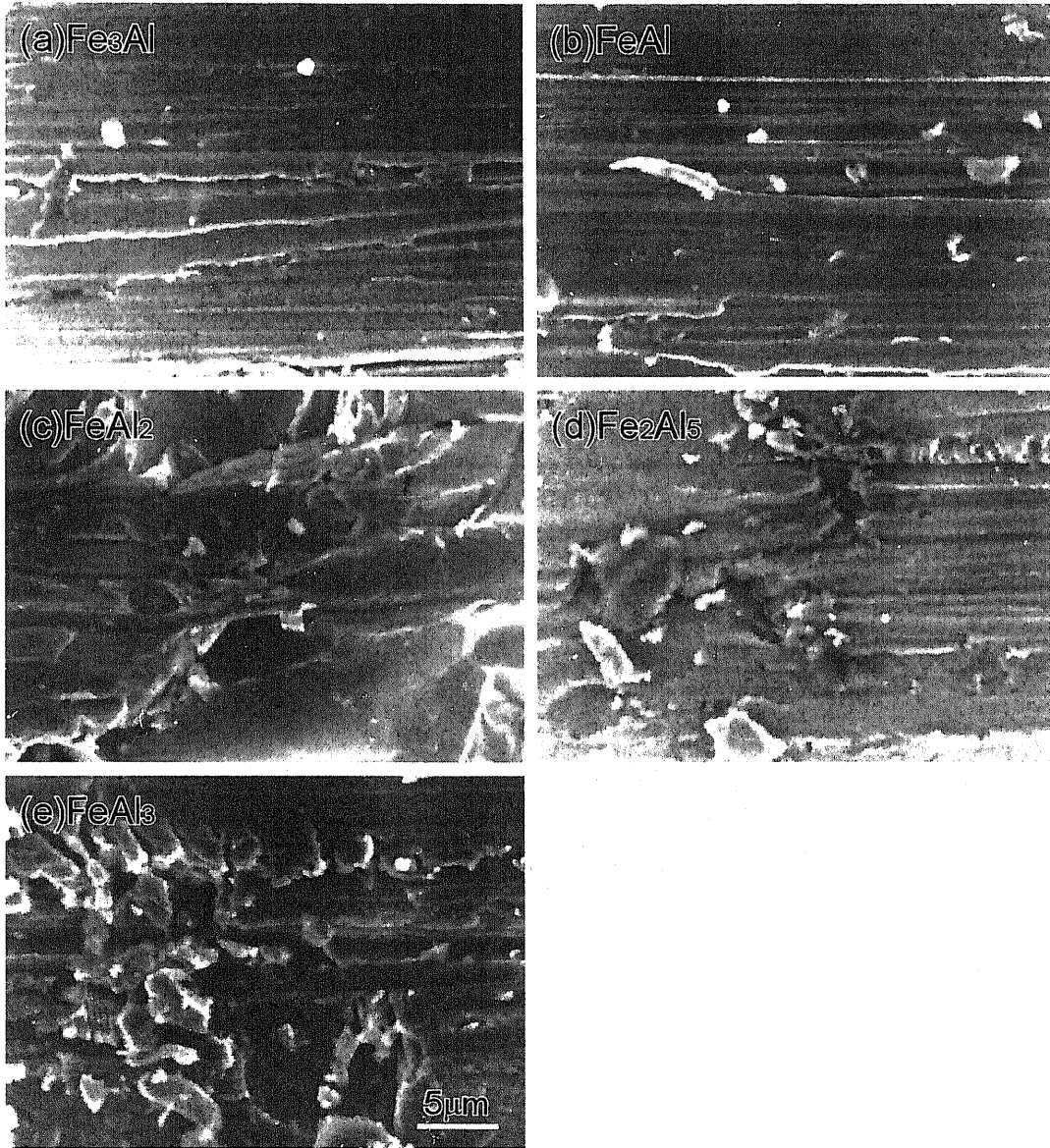
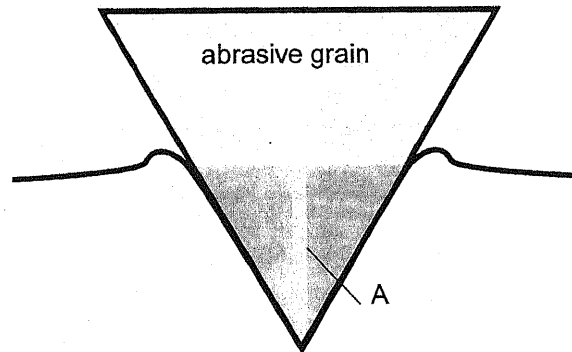


Fig.4.15 SEM micrographs of worn surface of Fe-Al intermetallic compounds at applied pressure,  $P = 0.31\text{MPa}$ .



(a) Ductile mode



$W=AL$   
W : Wear loss  
L : Wear distance

(b) brittle mode

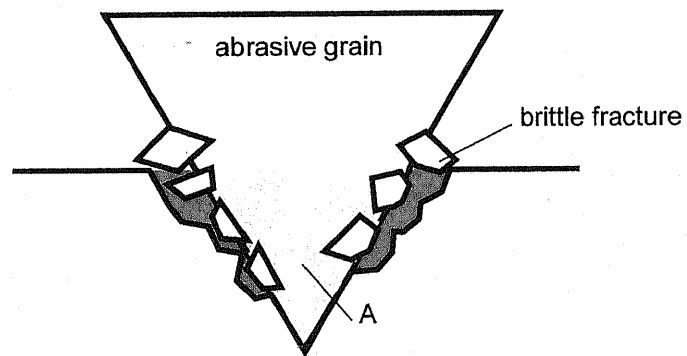


Fig.4.16 Wear mechanism in abrasive wear.

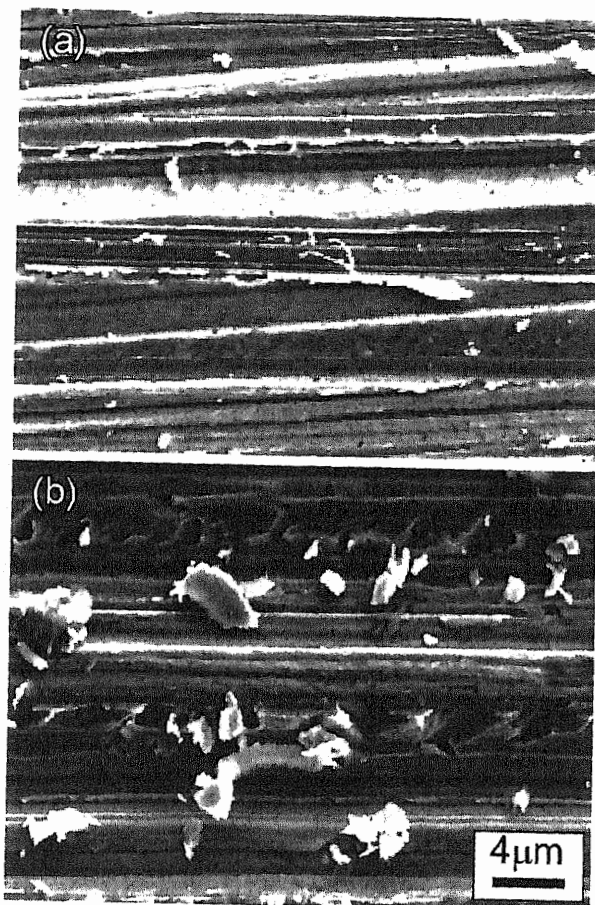


Fig.4.17 Worn surface after abrasive wear test of bulk cementite at applied pressures,  $P$ , of (a) 0.06 MPa and (b) 1.23 MPa.

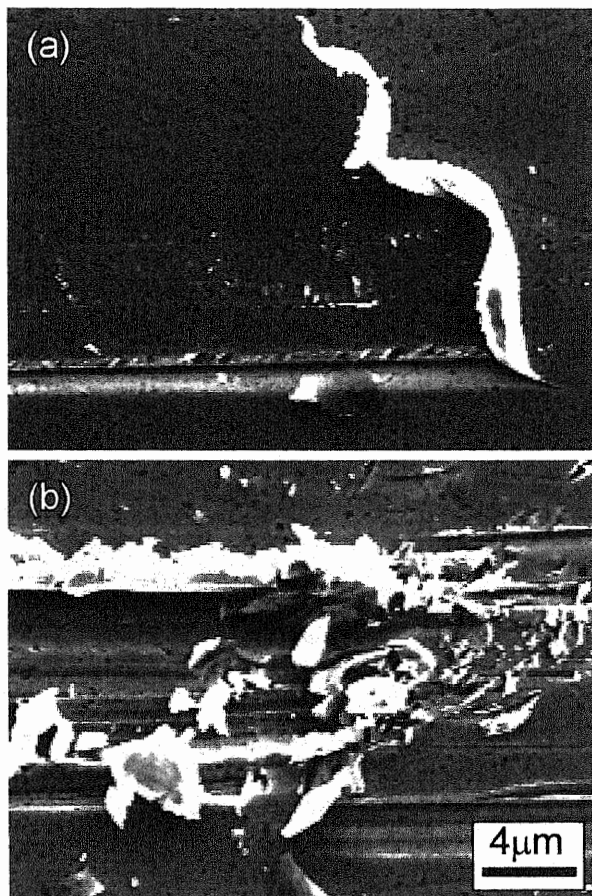


Fig.4.18 Wear debris during wear process of bulk cementite worn at applied pressures,  $P$ , of (a) 0.06 MPa and (b) 1.23 MPa.

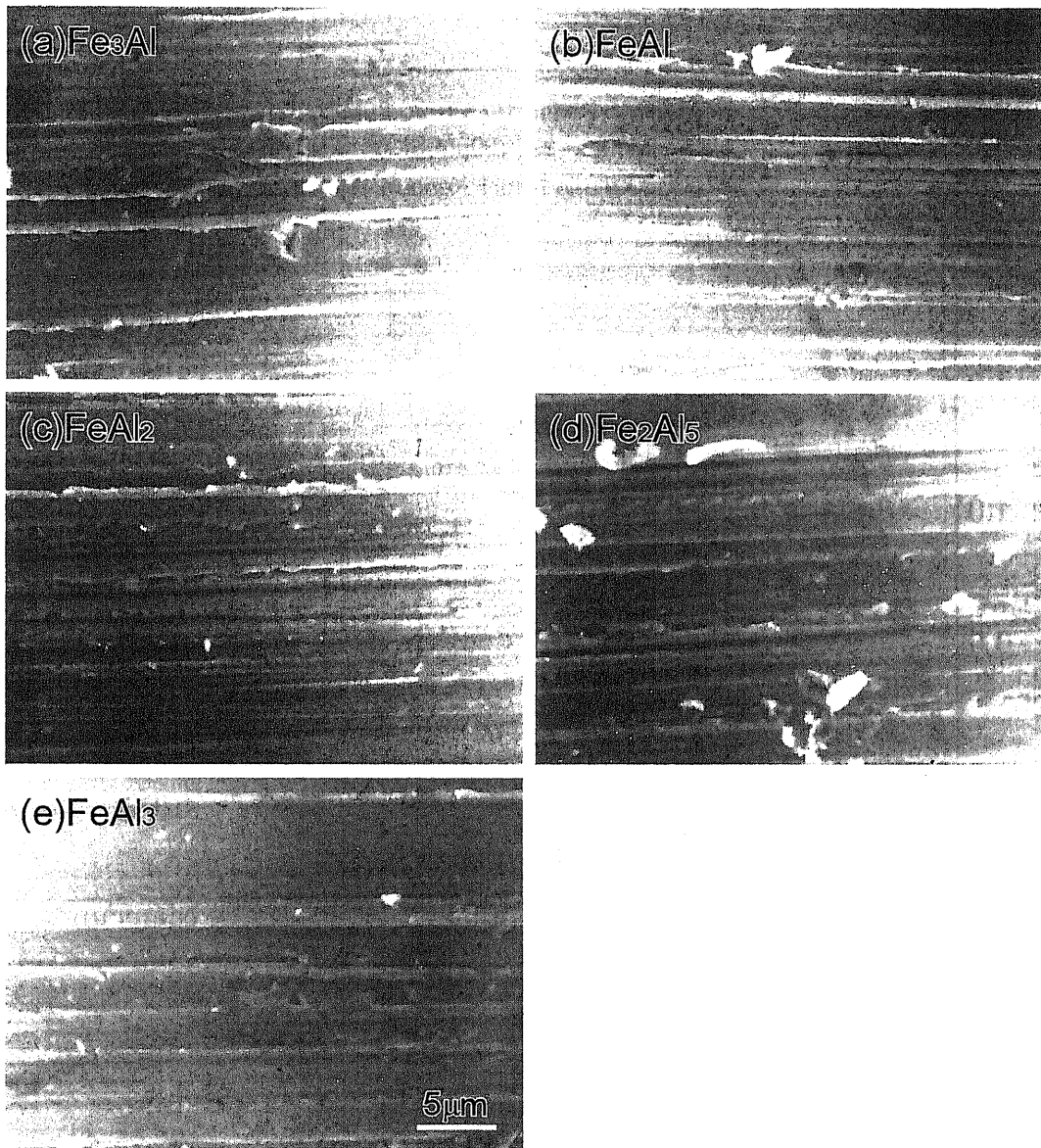


Fig. 4.19 SEM micrographs of worn surface of Fe-Al intermetallic compounds at applied pressure,  $P = 0.06\text{MPa}$  and  $d = 10\mu\text{m}$ .

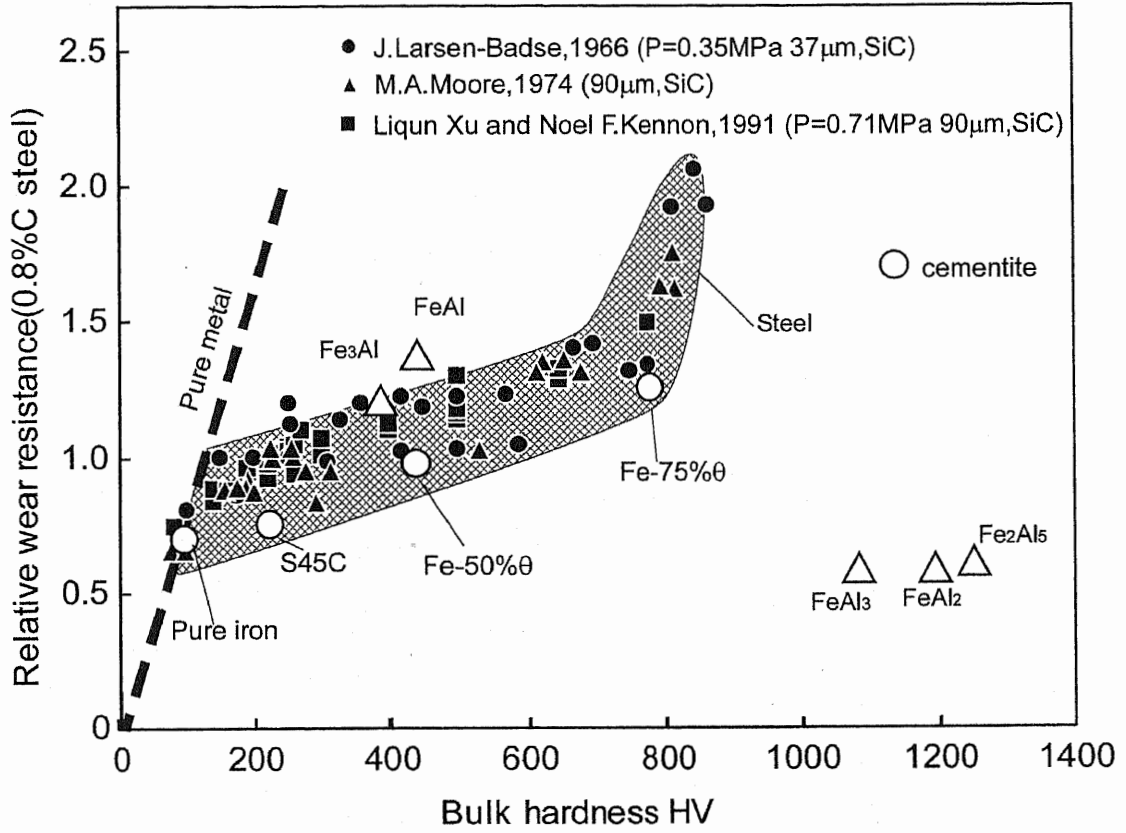


Fig.4.20 Relative wear resistances of Fe-Al intermetallic compounds

第4章の文献

- [1] M.M.Khruschov: *Wear*, 28(1974)69.
- [2] R.C.D.Richardson: *Wear*, 10(1967)291.
- [3] P.J.Mutton, J.D.Watson: *Wear*, 48(1978)385.
- [4] M.A.Moore: *Wear*, 27(1974)1.
- [5] R.G.Bayer: *Wear*, 84(1983)345.
- [6] R.T.Spurr: *Wear*, 65(1981)315.
- [7] J.H.Tylczak: *Wear*, 135(1990)305.
- [8] K.-H.Z. Gahr: *Wear*, 74(1981-1982)353.
- [9] E.Rabinowicz and A.Mutis: *Wear*, 8(1965)381.
- [10] A.Misra and I.Finnie: *Wear*, 68(1981)41.
- [11] R.T.Spurr: *Wear*, 65(1981)315.
- [12] L.Badse: *T. Metall Soc. AIME*, 236(1966)1461
- [13] M.A.Moore: *Wear*, 28(1974)59.
- [14] L.Xu, N.F.Kennon, *Wear*: 148(1991)101.
- [15] P.Clayton: *Wear*, 60(1980)75.
- [16] N.Prasad, S.D.Kulkarni: *Wear*, 63 (1980)329.
- [17] Bradley: *Proc.R.Soc., London, Ser. A*136(1932)210.
- [18] *Nat.Bur.Stand.(U.S.), Monogr.*25, 18(1981)5.
- [19] G.Bastin, F.J.J.V.Loo, J.W.G.A.Vrolika and L.R.Wolff: *J.Cryst.Grows*, 43(1978)745.
- [20] J.D.Hanawalt, H.W.Rinn, L.K.Frevel: *Anal.Chem.*, 10(1938)475.
- [21] D.Y.Smith: Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA. JCPDS Grant-in-Aid Report, (1975).
- [22] L.Yajiang, Z.Yonglan and L.Yuxian: *J.Mater.Sci*, 30(1995)2635.
- [23] Y.S.Kim and Y.-H. Kim: *Mater.Sci.Eng.*, A258(1998)319.

- [24] J.R.Knibloe, R.N.Wright, C.L.Trybus and V.K. Sikka: J. Mater. Sci., 38(1993)2040.
- [25] L.Yajiang, W.Juan, Y.Yansheng and W.Huiqiang: Scripta Mater., 47(2002)851.
- [26] J.Bystrzycki, J.Paszula and R.A.Varin: Mater.Sci.Eng., A239-240(1997)546.
- [27] S.Tomida, K.Nakata: Surf. Coat. Technol., 174-175(2003)559.
- [28] 鮫島実三郎: 物理学実験法, 裳華房, (1999)154.
- [29] M.Umemoto, Z.G.Liu, H. Takaoka, M.Sawakami, K.Tsuchiya: Metal. Mater. Trans., 32A(2001)2127.
- [30] M.Umemoto, Z.G.Liu, K.Masuyama, K.Tshchiya: Scripta Mater., 45(2001)391.
- [31] M.Umemoto, Y.Todaka, T.Takahashi, P.Li, R.Tokumiya, K.Tsuchiya: Mater. Sci. Forum, 15-16 (2003)607.

## 第5章 高温アルミナイズド鋼の被削性評価

### 5.1 緒言

第3章では900°C以上の温度でAlの拡散処理を行うことによって鋼材表面にFeAl層およびAl固溶層が形成できることを明らかにした。さらに、第4章ではこれらのAl含有量の低い層は、Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub>層のような層に比べて耐摩耗性に優れ、アルミナイズングは耐食性だけでなく耐摩耗性向上の手段としても有効であることが明らかとなった。この様なことから、自動車マフラー等の排気系部材や建材などの耐食性用途に限られてきたアルミナイズド鋼を耐摩耗性が要求される機械部品への応用することが期待できる。

しかし、一般に機械用部品として利用するためには±0.02mm程度の仕上げ精度が必要であり、鑄造や焼結などのニアネットシェイプ成形によって部品を製造した場合においても最終仕上げとして少なからず切削や研削が必要となる。すなわち、アルミナイズングによってAl含有量の低い合金層を形成させた後、機械加工を用いて、表面に残る脆性的な金属間化合物層を選択的に除去する供に、求められる形状に仕上げることが必要となる。

そこで、本章では、900°C以上で拡散処理を行う場合を特に「高温アルミナイズング」と定義し、高温アルミナイズド鋼が円柱軸として使用される場合を想定し、拡散処理の反応に伴う材料の形状変化、およびこの材料を切削加工した場合の被削性を検討した。

### 5.2. 実験方法

#### 5.2.2 被削材の作製

素地鋼として炭素鋼S25C (0.27%C, 0.21%Si, 0.39%Mn, 0.012%P, 0.015%Cu (mass%), 以後0.25C-steelと呼ぶ)丸棒を用いた。これらの材料を大気中1100°Cで3.6ks焼鈍した後、酸化膜を除去し、直径24mmの円柱状試験片を得た。

アルミナイズド鋼は熔融アルミニウムめっきと拡散処理によって作製した。アルミニウ



ム浴には、純度 99.7mass%の工業用純アルミニウムを用い、これを大気中 800°C で溶解させた。次に、試験片を 0.3ks 浸漬した後、引き上げ空冷した。アルミニウムめっきされた試験片を 950°C の真空中でそれぞれ拡散時間  $t_D = 0.3ks, 10.8ks$  および 36.0ks 加熱した。以上のプロセスを図 5.1 に示す。

いじょうのアルミナイズングによって形成された合金層を観察するために、試験片を切断し、切断面を研磨した後、5%硝酸アルコールでエッチングを行った。また、断面の Al および Fe 原子の濃度分布を電子線マイクロアナライザ(EPMA)で測定した。

### 5.2.3 切削試験

上記の溶融アルミニウムめっきのみを施した試験片、および拡散処理を行った試験片の乾式による旋削を行った。工具には図 5.2 に示すような、一般に鋼の切削用として推奨されている P20 タイプのスローアウェイ超硬工具を用い、そのチップの形状は、すくい角 5°、横逃げ角 45°、ノーズ半径 0.4mm であった。また、切削条件は、切り込み量  $a$  を 0.05mm の一定とし、切削速度  $V = 1.5m/s$  および一回転あたりの送り量  $f$  を 0.1mm/rev とした。ここで  $a = 0.05mm$  と小さいために実際の加工における横逃げ角はおよそ 42°となる。

切削実験に際しては、図 5.3 に示すように被削材のつかみ部をチャッキングし、図中右側の端面を心押し台のセンタで支持し、被削材のアルミナイズングされた幅 10mm の加工部を外周部から切り込み量 0.05mm で長手方向に切削した(切削回数  $N=1$ )。その後、加工部の中央付近の直径を測定した。次に、工具を初期位置に戻し、直径を測定した加工面を基準として、さらに 0.05mm の切り込み量で切削した ( $N=2$ )。以上のように、 $N$  を増加させ切削を行った。

切削時の工具すくい面の温度を InGaAs 素子の赤外線放射温度計を用いて測定した。測定温度精度は 250°C から 2000°C までは  $\pm 1^\circ C$  であり、応答速度は 50ms であった。また、図 5.4 に示すように事前に超硬工具を電気炉内で加熱し、赤外線放射温度計[1,2]による表面温度と工具内部に埋め込まれた熱電対による温度を校正した。

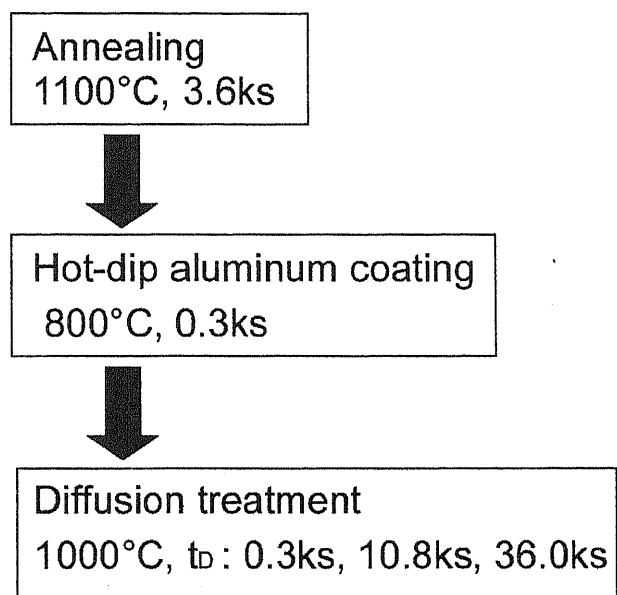


Fig.5.1 Process of high temperature aluminizing used in this study.

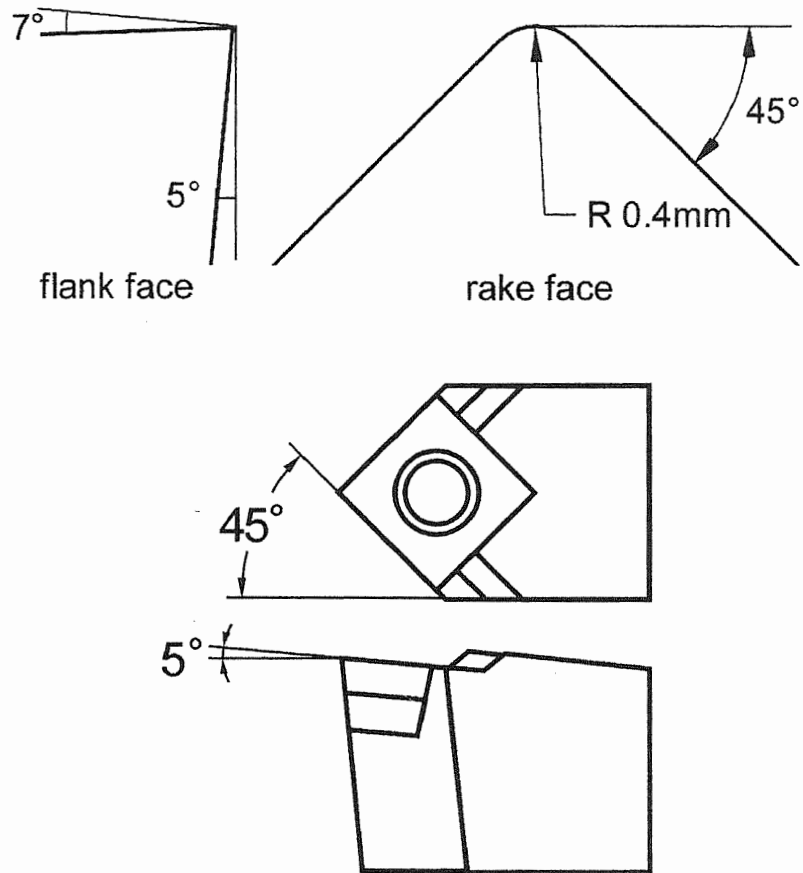


Fig.5.2 Geometry of the cutting tool.

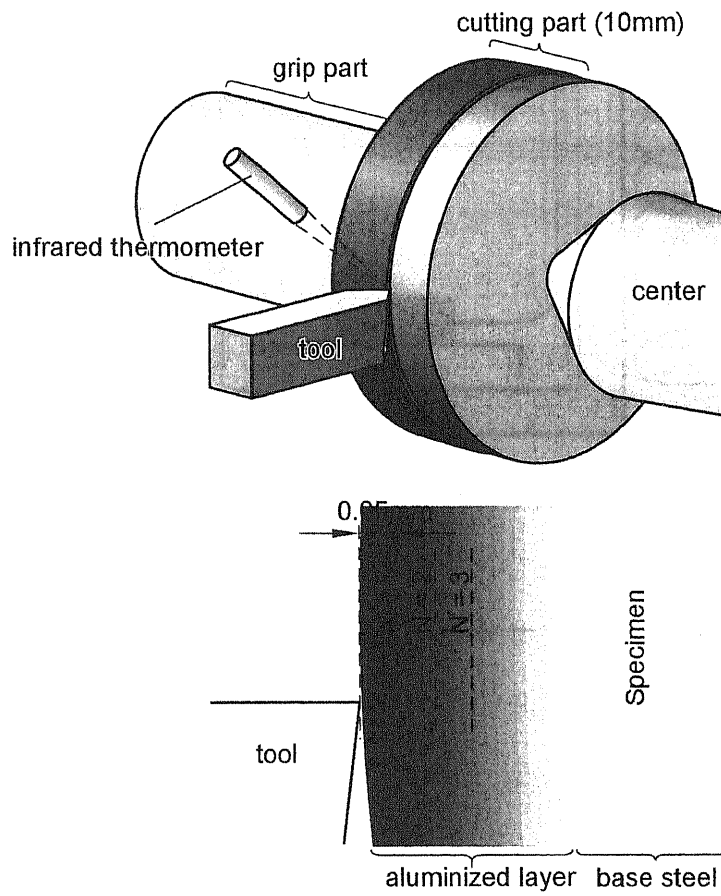


Fig.5.3 Schematic illustration of the cutting test.

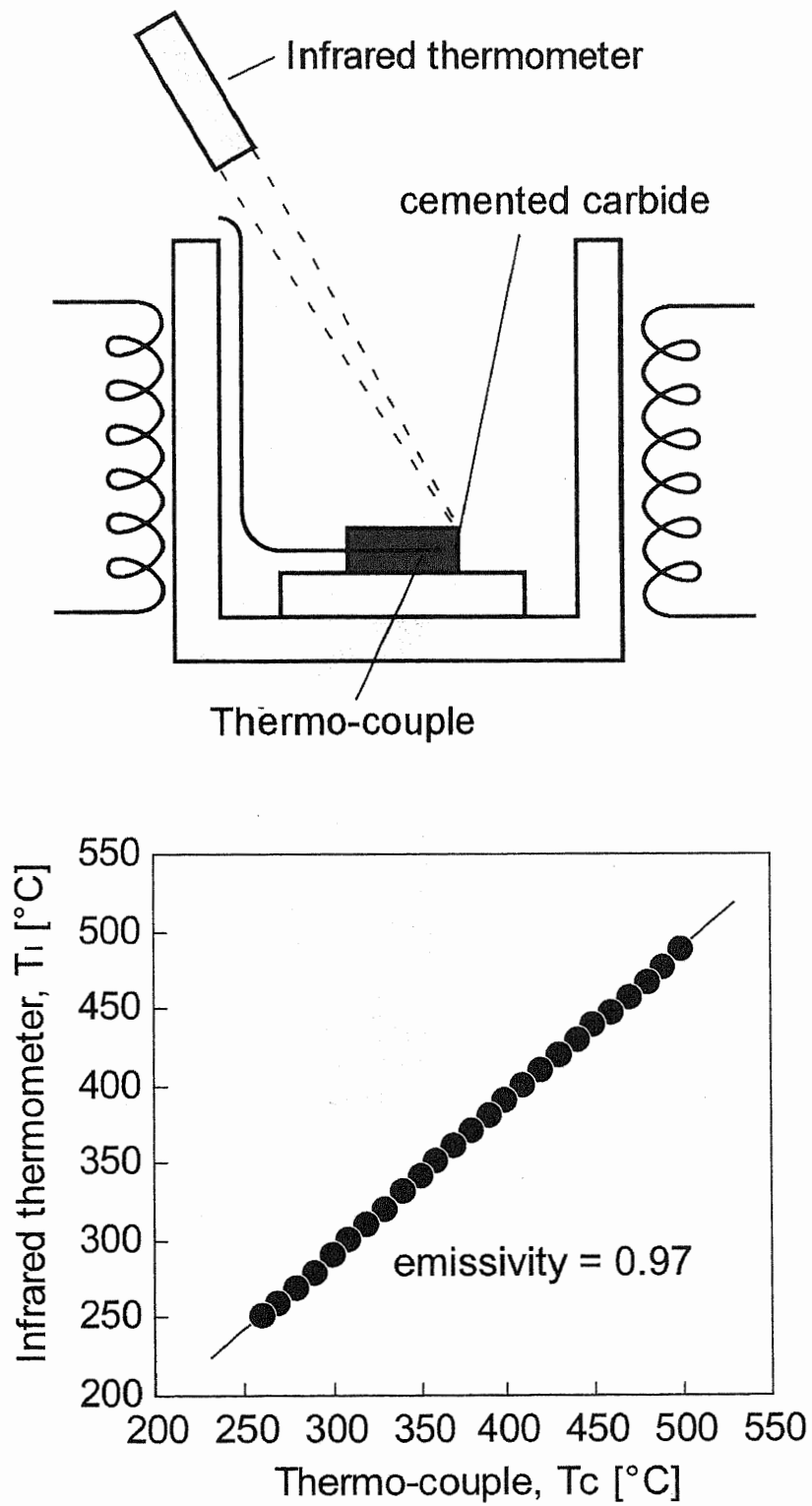


Fig.5.4 Calibration of infrared thermometer using thermo-couple embedded in cemented carbide.

## 5.3 実験結果

### 5.3.1 被削材直径の変化と形成された合金層の関係

鋼材にアルミナイズングを施すとアルミニウムめっき層および合金層の形成によって材料の形状が変化する。アルミナイズング前の試験片の半径に対してアルミナイズング過程における半径の増加量  $\Delta r$  を図 5.5 に示す。熔融アルミニウムめっきの段階で  $\Delta r$  はおよそ 0.05mm である。0.3ks の拡散処理によって、 $\Delta r$  は 0.23mm まで増加するが、その後拡散時間が長くなるほど減少し、36.0ks の拡散では  $\Delta r$  は 0.07mm である。

熔融アルミニウムめっきおよび拡散処理した試験片の断面の鋼が顕微鏡写真および EPMA の測定結果を図 5.6 に示す。図 5.6(a) に示す熔融アルミニウムめっき後の試験片では表面にアルミニウムめっき層が存在し、アルミニウムと素地鋼との間には 150–200 $\mu\text{m}$  程度の  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が形成されている。

拡散処理を行った試験片(図 5.6(b)–(d))は、表面のアルミニウム層は全て  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層となり、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層と素地鋼との間に 30mass%Al から 15mass%の範囲の FeAl および 15–0mass%の Al 固溶層が形成されている材料である。FeAl および Al 固溶層の厚さは拡散時間が長くなるほど大きくなり、逆に  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の厚さは減少している。また、拡散時間が長くなるほど、Al 濃度は緩やかに減少している。

図 5.5 では拡散時間が長くなるほど  $\Delta r$  は減少しているが、Al は表面からおよそ 300–400 $\mu\text{m}$  の深さまで拡散している。このことから、アルミナイズング前の試験片の表面よりも内部に FeAl および Al 固溶層が形成されていることが分かる。

### 5.3.2 被削材内部の硬さ

図 5.7 は被削材の断面の硬さを測定した結果である。表面に存在する  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の硬さはおよそ 1000HV 程度で、図 5 に示した Al の濃度が低くなるほど硬さが減少している。また、第 3 章で示したとおり、硬さ分布は Al 濃度勾配と同様に拡散時間が長くなるほど緩やかに減少している。

以上のように、アルミナイズングでは、溶融アルミニウムめっき後の段階でアルミニウム層および  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の状態から、 $1000^\circ\text{C}$  の拡散処理によって  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層と素地鋼の間に  $\text{FeAl}$  および  $\text{Al}$  固溶層が形成される。また、拡散時間が長くなるほど  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層は減少し、逆に、 $\text{FeAl}$  および  $\text{Al}$  固溶層が厚くなり、 $\text{Al}$  濃度および硬さの勾配は緩やかになっている。

### 5.3.3 アルミナイズド鋼切削時の工具摩耗

図 5.8 にアルミナイズド鋼を切削速度  $V=1.5\text{m/s}$  で切削したときの結果を示す。結果は、半径の減少量  $\Delta r$  と切削回数  $N$  の関係である。それぞれの右図には、切削時の工具刃先位置に対応する試験片表面からの硬さ分布を示した。

図 5.8(a)の素地鋼 S25C を切削した場合には、切削回数  $N$  と共に  $\Delta r$  は直線的に増加している。すなわち、1回の切削ごとに試験片の半径は  $0.05\text{mm}$  ずつ除去されている。工具摩耗は図 5.9(b)に示すように、この切削条件ではほとんど認められない。

めっき後(As coated)の試験片では、図 5.8(b)の右図に示すように内部には HV800 以上の  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層が存在する。それにもかかわらず、S25C の場合と同様に  $\Delta r$  は  $N$  に対してほぼ直線的に上昇している。しかし、図 5.9(c)に示すこの時の工具刃先写真（切削回数  $N=10$ ）では、工具逃げ面に摩耗が認められる。

一方、図 5.8(d)–(e)拡散処理を行った試験片では、 $N$  が大きくなると、半径の減少量  $\Delta r$  は直線関係からはずれている。すなわち、切り込みを与え切削を行っているにもかかわらず、被削材の半径は減少しない。この時の切削最終段階の工具写真を図 5.9(d)–(f)に示す。いずれの場合にも著しい工具摩耗が生じている。

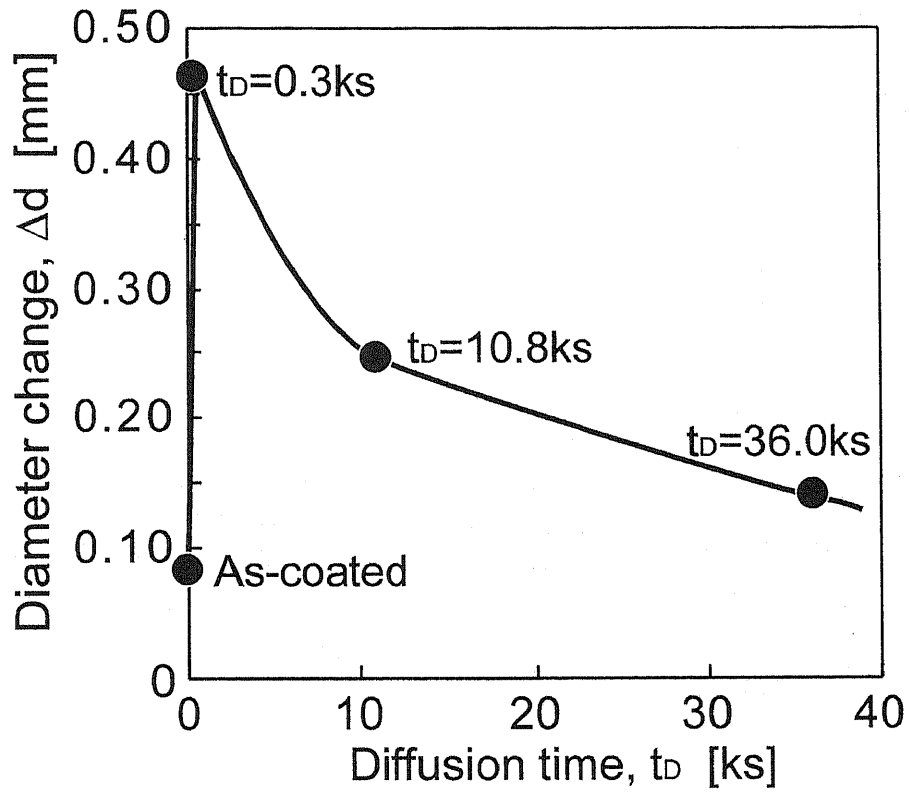


Fig. 5.5 Variation of specimen diameter by aluminizing as a function of diffusion time,  $t_D$ .



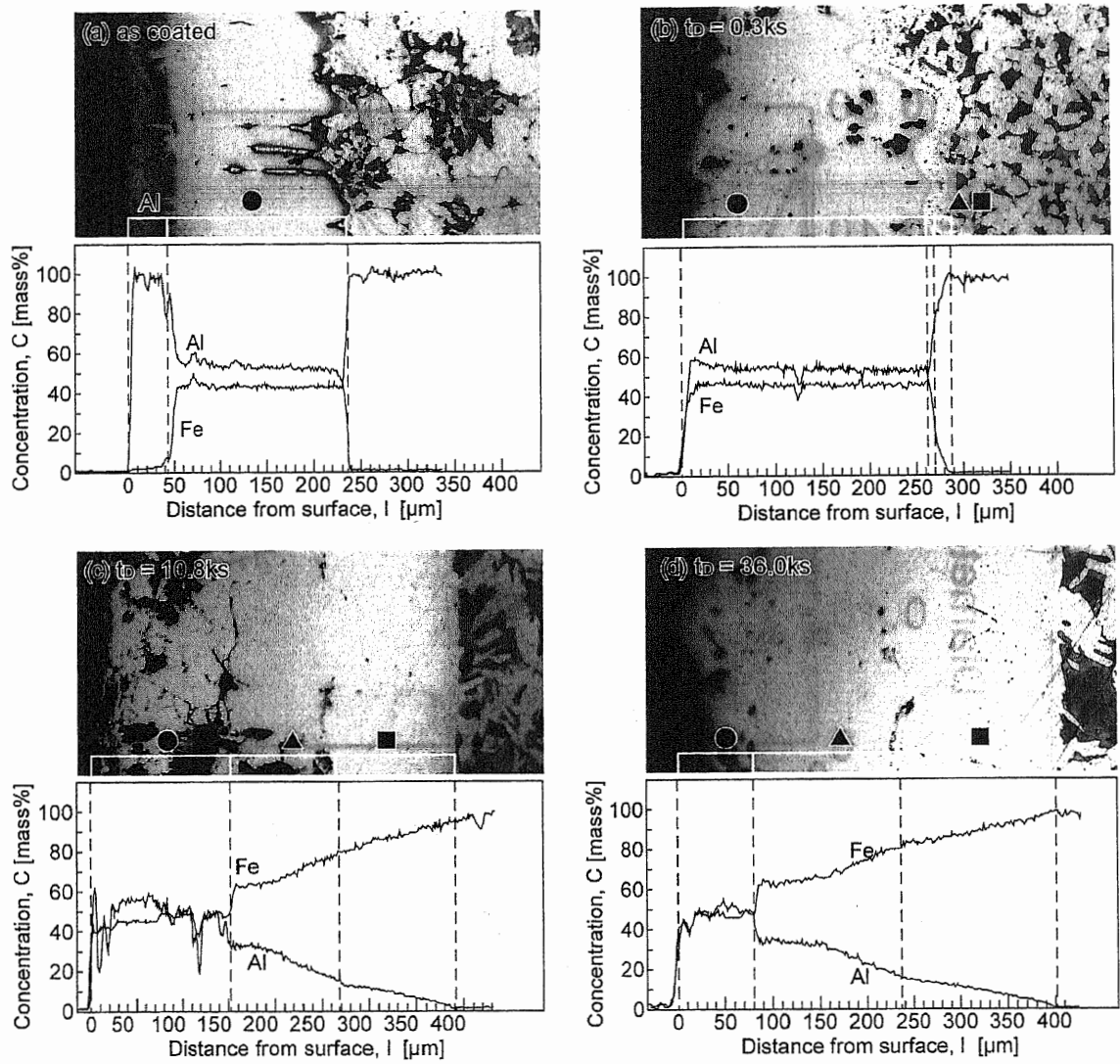


Fig.5.6 Cross-sectional micrographs and Al concentration of aluminized steels. The symbols  $\bullet$ ,  $\blacktriangle$  and  $\blacksquare$  are for  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\text{FeAl}$  and the Al-diffused layer, respectively.

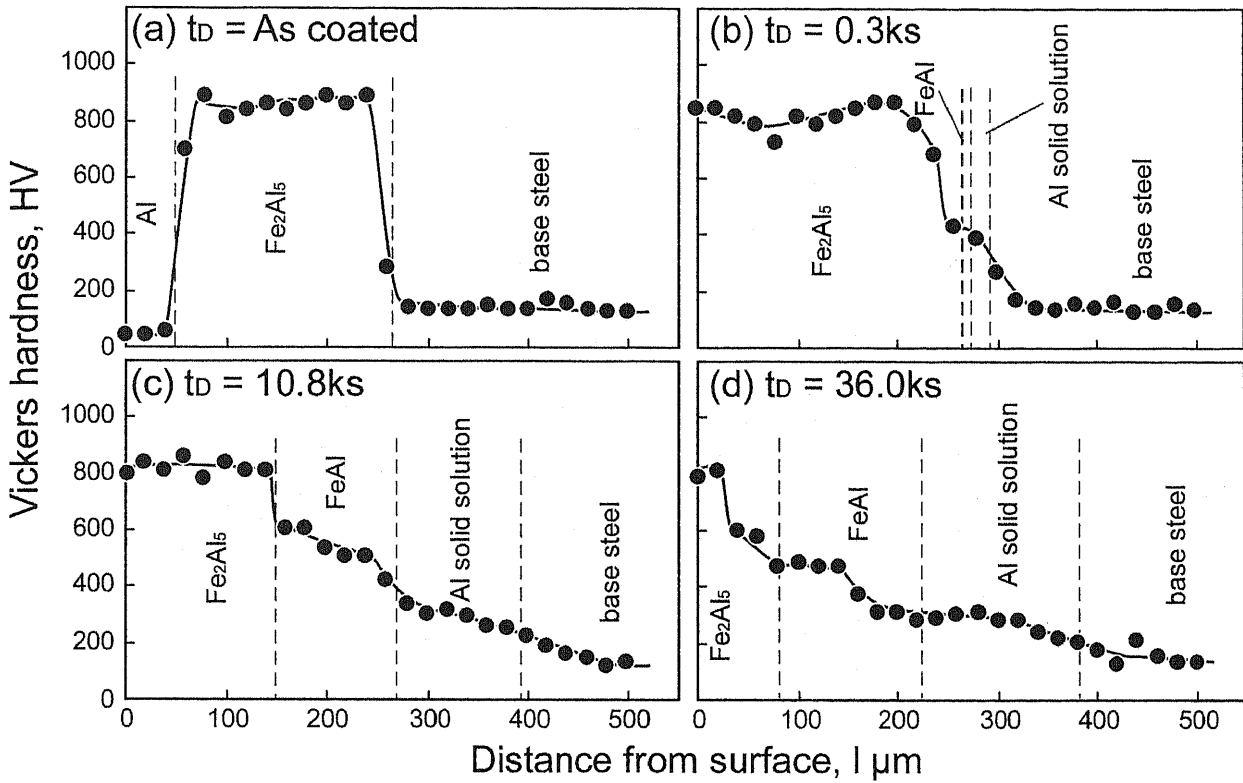


Fig.5.7 Hardness from the surface to the substrate for aluminized steels.

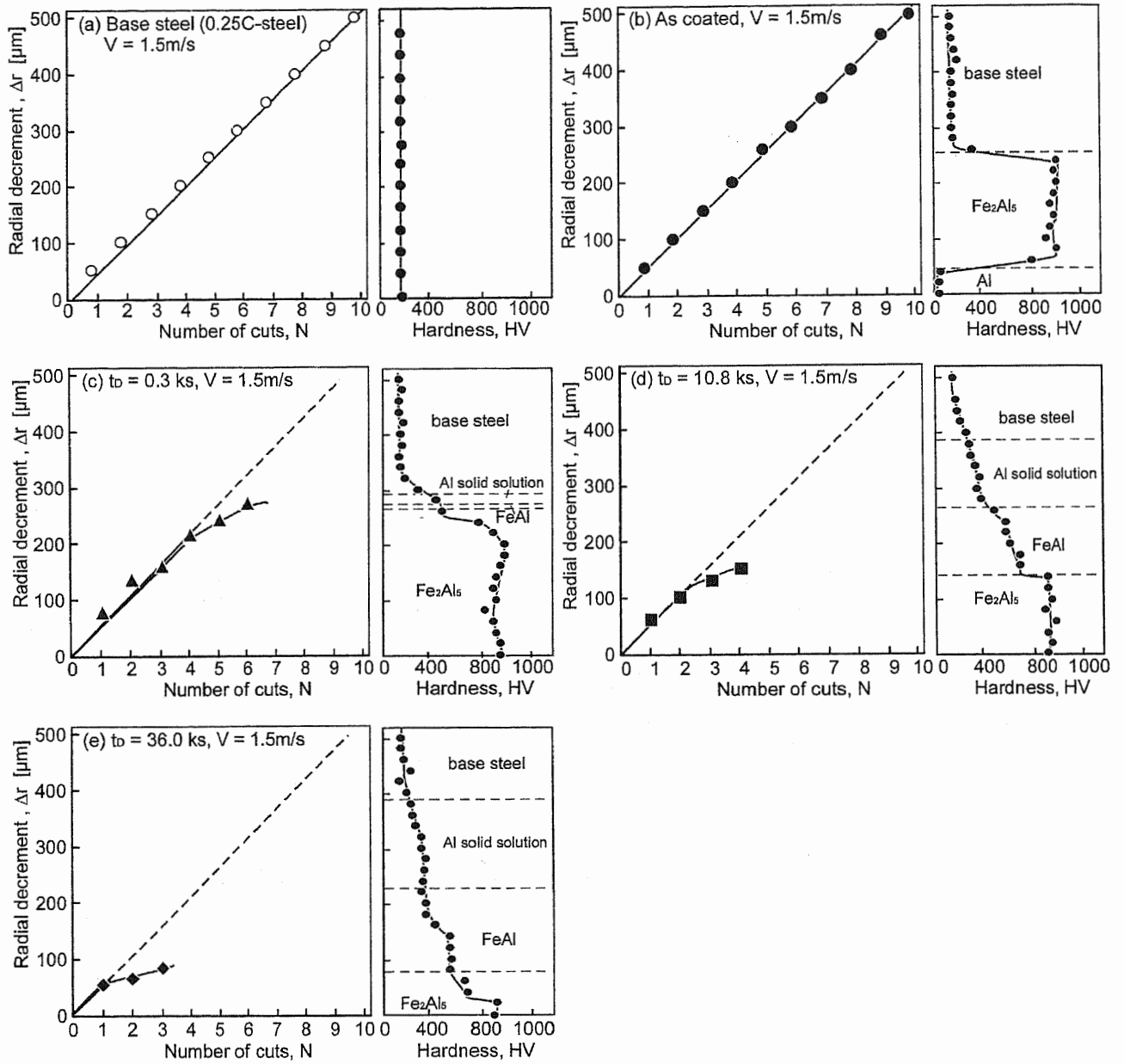


Fig.5.8 Radial decrement for the specimens as a function of cutting times,  $N$ , at a cutting speed,  $V=1.5\text{m/s}$ .

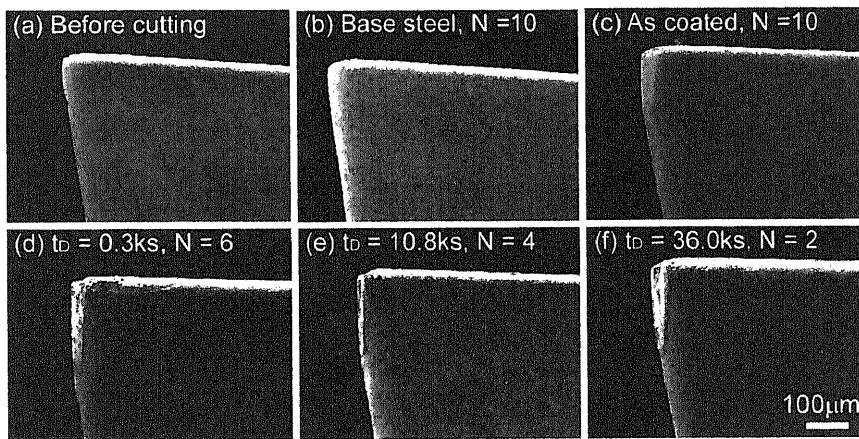


Fig.5.9 Tool tips after the cutting tests.

## 5.4 考察

### 5.4.1 工具摩耗の原因

5.3.3 節で述べたように、アルミナイズド鋼を切削した場合、著しい工具摩耗が生じ切削不可能となる現象が認められた。また、この現象は拡散時間が長く FeAl および Al 固溶層が厚い材料ほど顕著であった。ここで、図 5.6 において  $\Delta r$  が直線関係から外れ始める切削回数  $N$  は拡散時間  $t_D=0.3\text{ks}$  材では、およそ 5、 $t_D=10.8\text{ks}$  材では、3、 $t_D=36.0\text{ks}$  材では 2 である。図 5.10 に切削時の刃先近傍の温度を赤外線放射温度計によって測定した結果を示す。素地鋼およびを切削した場合の刃先温度はおよそ  $260^\circ\text{C}$  であるが、拡散処理を行った試験片では、 $\Delta r$  が直線関係から外れ始める切削回数  $N$  で刃先近傍の温度は急激に上昇し  $450^\circ\text{C}$  以上に達している。図 5.9 の結果と図 5.7 の切削回数  $N$  と硬さ分布を比較すると、いずれの試験片においても刃先温度が上昇するのは硬さがおよそ  $600\text{HV}$  以下の領域でしかも FeAl 層に対応する。

一方、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の領域では刃先の温度は比較低いことが分かる。図 5.10 に、Al めっき後の試験片を切削速度  $0.1$  から  $1.5\text{m/s}$  で切削したときの逃げ面摩耗  $VB$  と切削速度の関係を示す。図 5.6 に示したように、Al めっき後の試験片に形成されている被膜は Al 層と  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  のみである。このような材料を切削した場合、工具摩耗は主に硬質層である  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  の切削によって生じると考えられる。結果は切削回数  $N$  が 10 まで切削した時の値であるが、 $0.1\text{m/s}$  の切削速度においても、 $VB$  は  $140\mu\text{m}$  程度であり切削速度による影響は小さい。工具が機械的なアブレシブ摩耗を生じる場合、摩耗量は切削距離に比例し、切削速度や温度には依存しないことが知られている[3]。また、一般にアブレシブ摩耗では摩耗の原因となる材料の硬さが、被摩耗材の硬さの  $1/3$  以上となる場合に生じることが知られている[4]。 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の硬さは  $800\text{HV}$  であるのに対して本実験に用いた超硬工具の硬さはおよそ  $2000\text{HV}$  である。このことから、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の切削時の工具摩耗はアブレシブ摩耗が主体であることがわかる。

なお、温度測定結果は刃先近傍の平均温度であり、測定範囲にはすくい面状の切り屑も含まれることから、被削材と接触している刃先先端の温度はこれらの値よりも高いことが推測される。

以上の結果より、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 層の切削時には、工具はアブレイブ摩耗によって摩耗するが除去加工は可能である。一方、 $\text{FeAl}$ 層は $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 層よりも軟らかいにも関わらず、切削時の工具温度が高くなり、工具摩耗が著しく工具は $\text{FeAl}$ を除去する加工能力が失われることがわかった。

また、5.4.2節で述べるように、 $\text{FeAl}$ 層は切削速度の上昇に伴って工具摩耗が著しくなる。このことから、 $\text{FeAl}$ 層は加工に伴う切削温度の上昇によって拡散摩耗が顕著になるため切削不能になったと思われる。

#### 5.4.2 $\text{FeAl}$ 層および $\text{Al}$ 固溶層の切削に及ぼす切削速度の影響

前節で工具温度が著し工具摩耗が最も著しかった $t_D=36.0\text{ks}$ 材に対して、切削速度 $V$ を $0.1$ から $1.5\text{m/s}$ までの範囲で、図5.8と同様の実験を行った結果を図5.12に示す。

$V=1.5\text{m/s}$ では、半径の減少量 $\Delta r$ は切削回数 $N=2$ から直線関係から外れたが、切削速度 $V$ が $1.0\text{m/s}$ の場合には $N=5$ で、 $V=0.5\text{m/s}$ では $N=6$ から外れた。ここで $\Delta r-N$ 線図上で直線から外れたときの工具の逃げ面摩耗はいずれの場合にも $200\mu\text{m}$ 程度であった。

さらに、 $V=0.1\text{m/s}$ では、 $\Delta r$ は $N=10$ までほぼ直線的に上昇している。また、この $V=0.1\text{m/s}$ ではすべての $N$ において刃先温度は $250^\circ\text{C}$ 以下であった。このことからアルミナイジングを行った鋼材でも $\text{P20}$ の超硬工具を用いて $V=0.1\text{m/s}$ 以下で切削すれば、工具摩耗を抑えて切削することが可能であることが分かる。

ここで切削温度は刃先にかかる動力の一部が費やされることによって生ずる[5,6]。そこで、 $t_D=36.0\text{ks}$ 材を $N=10$ まで切削することが出来た $V=0.1\text{m/s}$ で切削した場合の切削動力 $F$ と切削回数に対応する試験片表面からの深さ $l$ の関係を図5.13示す。切削動力 $F$ は、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 領域では $10\text{N}$ 以下であるが、 $\text{FeAl}$ 領域および $\text{Al}$ 固溶層では、被削材表面からの深さ $l$ が大きくなるほど上昇している。その後、素地鋼の領域では、 $F$ は減少しほぼ一定である。HVが800以上の $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 領域では、切削中に脆性破壊が生じるため、切削動力は低く工具摩耗が小さい。対称的に $\text{FeAl}$ 層および $\text{Al}$ 固溶層では切削動力 $F$ が高く切削温度が上昇するために著しい工具摩耗が生じるとと思われる。

### 5.4.3 アルミナイズド鋼の切削加工による仕上げ面

図 5.13 に工具摩耗が小さい切削速度  $V=0.1\text{m/s}$  で  $t_D=36.0\text{ks}$  材を切削したときの加工面の SEM 写真を示す。図 5.13a) の  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  領域の加工面は、脆性破壊が生じ、荒れた面になっている。このような脆性破壊は、 $\text{FeAl}$  領域 (図 12(b)) においても認められる。加工面は試験片表面からの深さ  $l$  が大きくなるほど明確になっている。図 5.14 は表面粗さ  $R_a$  と試験片表面からの深さ  $l$  の関係を示す。加工面に割れの多い  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  領域では、 $R_a$  は大きくばらついている。加工面粗さ  $R_a$  は  $l$  が大きくなるほど減少し、 $\text{Al}$  固溶層領域で最も小さくなっている。素地鋼の領域では粗さは再び上昇している。 $0.1\text{m/s}$  の低速による切削のため、素地鋼 (S25C) の切削時に工具刃先に生じる凝着の影響で、粗さが上昇していると思われる。

## 5.5 小括

炭素鋼 S25C に溶融アルミニウムめっき後、 $1000^\circ\text{C}$  で拡散処理を行った高温アルミナイズド鋼を作製した。さらに、その被削性を超硬工具による旋削で評価し、以下のような結果を得た。

- 1) アルミナイズングでは、溶融アルミニウムめっき後の段階で  $\text{Al}$  層および  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層の状態から、 $1000^\circ\text{C}$  の拡散処理によって  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層と素地鋼の間に  $\text{FeAl}$  および  $\text{Al}$  固溶層が形成される。また、拡散時間が長くなるほど  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層は減少し、逆に、 $\text{FeAl}$  および  $\text{Al}$  固溶層が厚くなる。
- 2) アルミナイズド鋼を切削速度  $V=1.5\text{m/s}$  で切削した場合、切削が  $\text{FeAl}$  層に達すると、刃先の温度上昇によって工具摩耗は急激に大きくなった。
- 3)  $\text{FeAl}$  切削時の工具摩耗は切削速度が低くなるほど小さくなり、切削速度が  $0.1\text{m/s}$  では工具摩耗を抑えて切削することが可能だった。
- 4) アルミナイズド鋼の切削加工時の仕上げ面粗さは  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  層領域および  $\text{FeAl}$  領域では脆性破壊により大きくなるが、表面からの深さが大きくなるほど粗さは減少し、 $\text{Al}$  固溶層領域で最も小さかった。

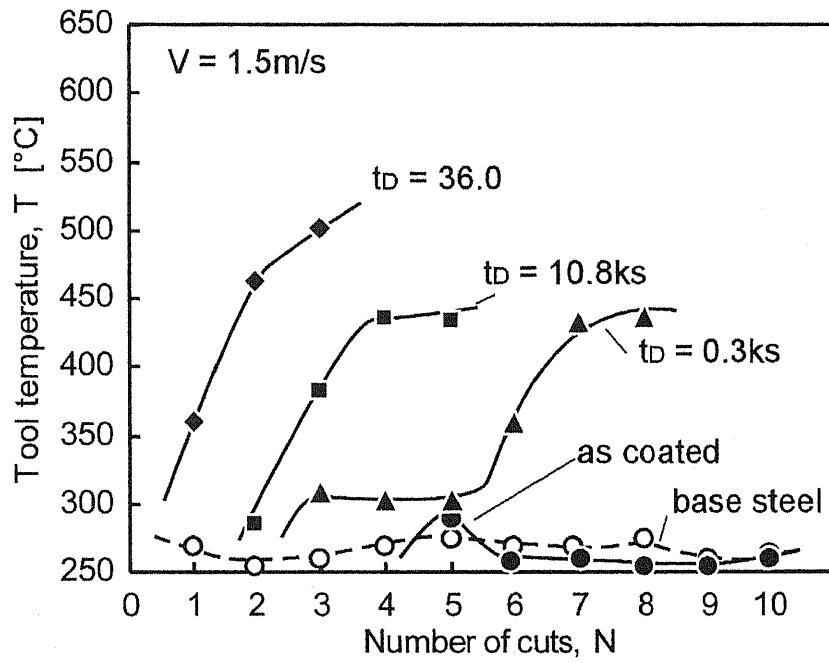


Fig.5.10 Tool temperature during the cutting tests plotted as a function of cutting times, N.



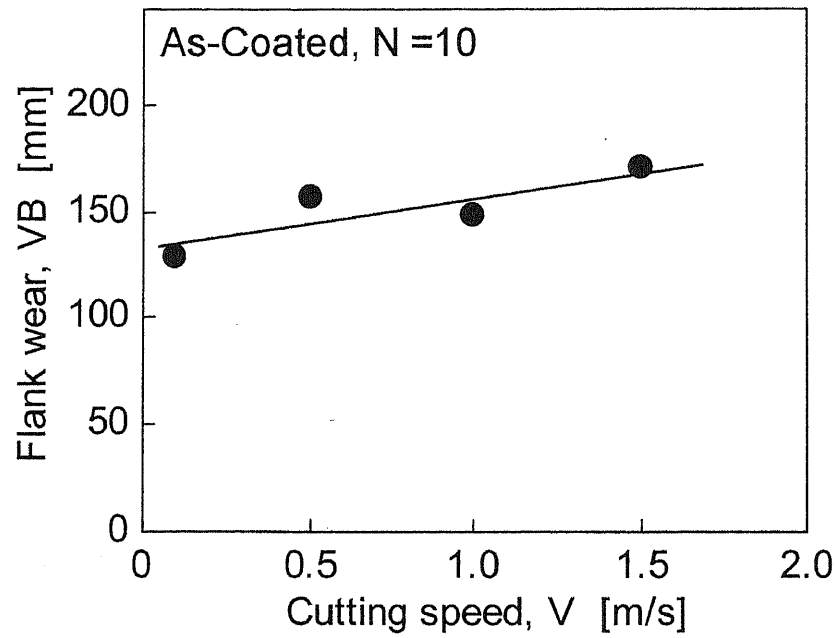


Fig.5.11 Flank wear at cutting times, N = 10, for the as-coated specimen at various cutting speeds.

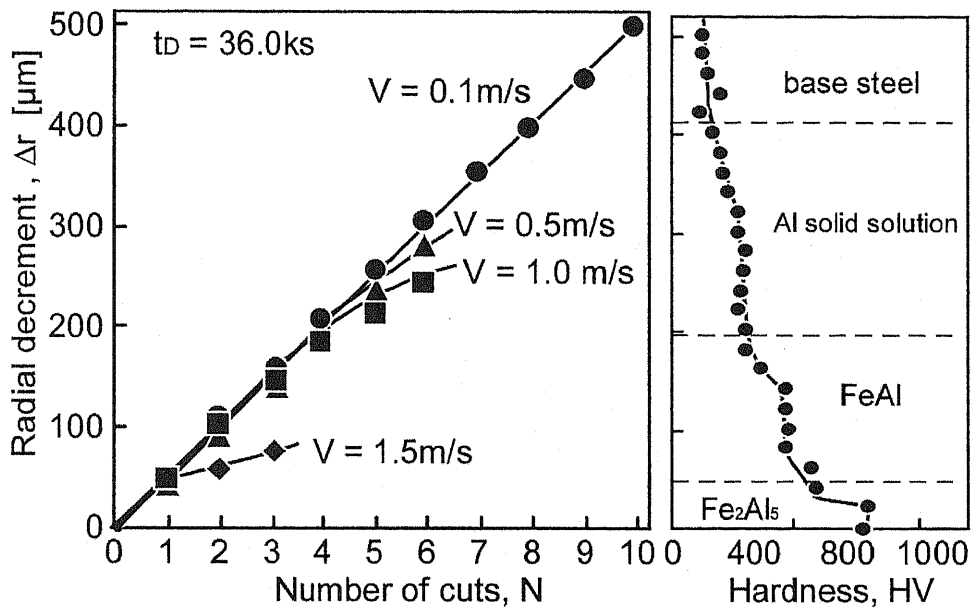


Fig.5.12 Radial decrement of the specimens as a function of cutting times, N, for a specimen diffusion treated for diffusion temperature,  $t_D = 36.0\text{ks}$ .

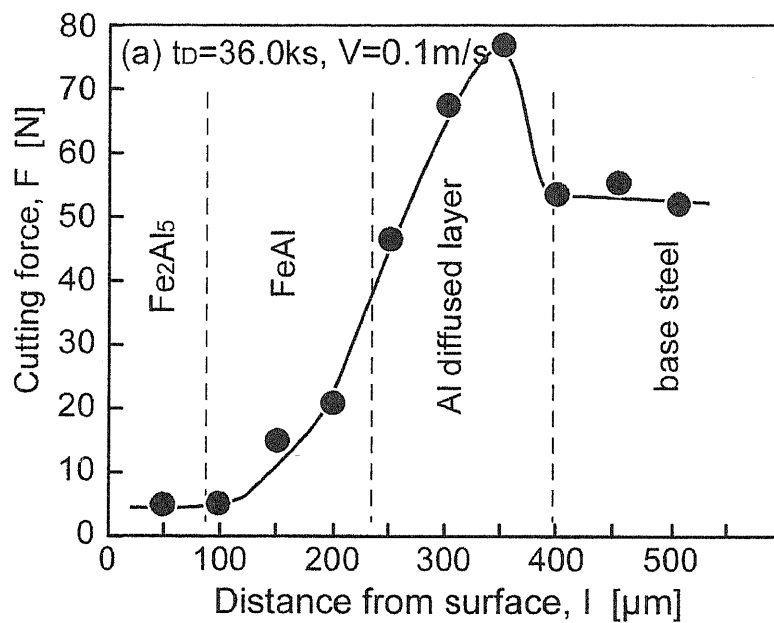


Fig.5.13 Variation of cutting force as a function of depth from the surface,  $l$ , for a specimen diffusion treated for diffusion time,  $t_D = 36.0ks$ .

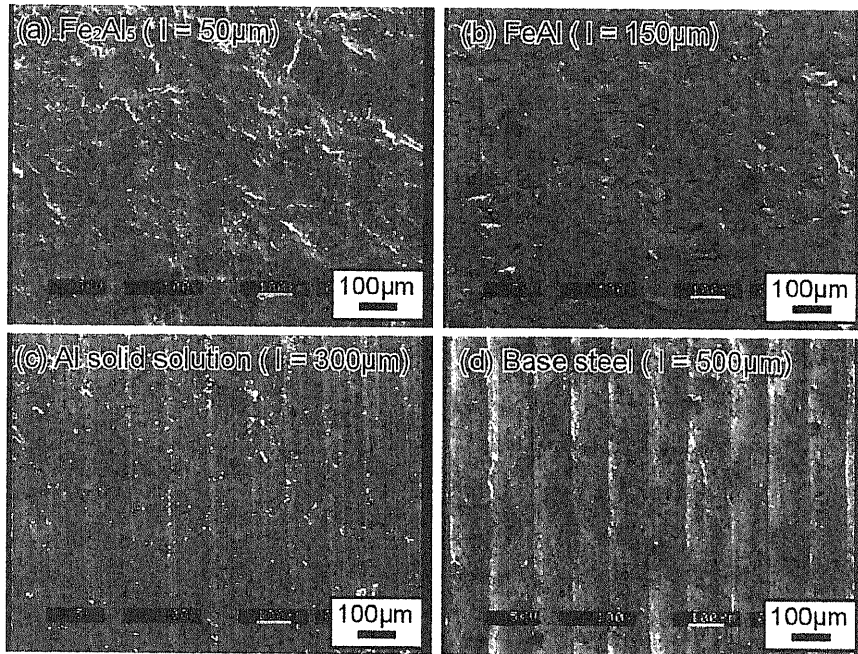


Fig.5.14 Machined surfaces of a specimen diffusion treated at diffusion time,  $t_D = 36.0$ ks, with a cutting speed,  $V = 0.1$ m/s.

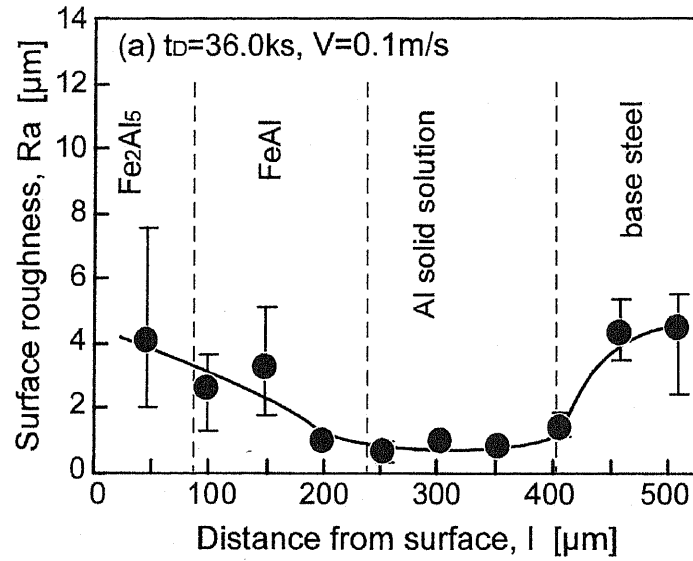


Fig.5.15 Variation of machined surface roughness, Ra, as a function of depth from the surface for a specimen diffusion treated for diffusion time,  $t_D = 36.0\text{ks}$ .

第5章の文献

- [1] 上田隆司, 金田泰幸, 佐藤昌彦, 杉田忠彰: 日本機械学会論文集 (C編), 58(1992)302.
- [2] 山田啓司, 上田隆司: 精密工学会誌, 64(1998)1684.
- [3] 竹山秀彦, 荻野隆, 宮沢伸一: 日本機械学会論文集 (C編), 31(1955)833.
- [4] J.H.Tylzak, A.Oregon: ASM Handbook Vol.8 Frivtion, Lubrication and Wear technology, ASM Inter narional, ed. by S.H.Hency, (1992)184.
- [5] 竹山秀彦: 切削加工, 丸善, (1980)71.

## 第6章 Fe-Al系金属間化合物の被削性

## 6.1 緒言

アルミナイジングでは表面から内部に向かってAl濃度が段階的に減少するとともに、合金層中に形成されている金属間化合物の硬さも減少していく。第5章では、このような材料を切削した場合、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 層のような硬い層よりむしろHV600以下のFeAl層およびAl固溶層領域で工具摩耗は大きくなった。また、切削後の加工面粗さは内部のAl含有量が低い領域で最も小さくなることが分かった。このようなアルミナイズド鋼の切削現象を理解には、被膜を構成する金属間化合物個々の被削性を知ることが必要である。特にAl含有量の低いFeAlや $\text{Fe}_3\text{Al}$ は比強度が高く耐硫化性、耐酸化性に優れるため[1-4]単体としても実用化が注目されている材料であり、1980年以降から高温強度や延性改善に関する機械的特性の研究は多く行われているが、被削性に関する研究はほとんど無い。従って、このような金属間化合物の被削性のデータとしても工業的に重要であると考えられる。

同様の高温構造材料用の金属間化合物の被削性に関する研究ではTi-Al系の金属間化合物でわずかに報告されている。Hurusawa[5,6]らは $\text{Ti}_3\text{Al}-\text{TiAl}$ のラメラ組織材の旋削を行い、加工面に $\text{Ti}_3\text{Al}$ とTiAlの界面でクラックが生じること、また、Ti-Al系金属間化合物に対しては、WC-Co系のK系超硬工具の方がWC-Co-TiC系のP系超硬具よりも工具摩耗が小さいことを報告している。一方、Fe-Al系では $\text{Fe}_3\text{Al}$  and  $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$ の2次元切削を行ったChowdhuriら[7]の報告があるが、Fe-Al系切削の最適工具に関する検討はなされていない。また、以上に挙げた研究は全て2相組織材料に対するものであり、単相の金属間化合物の被削性についてはほとんど分かっていないのが現状である。

そこで本章では、Al含有量の高い金属間化合物も含めFe-Al系金属間化合物を作製し、これらの化合物の破壊靱性の観点から切削加工の可能性を改めて検討すると共に、金属間化合物単相材の被削性について調べた。

## 6.2. 実験方法

### 6.2.1 Fe-Al系金属間化合物の作製

状態図上で現れる Fe-Al 系金属間化合物のうち、 $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$  は脆性的であるため、鑄造での作製では冷却過程で割れを生じ易い。そこで本研究では、純鉄粉（平均粒径：60 $\mu\text{m}$ ，純度 99.6mass%）および純アルミニウム粉から、図 6.1 に示すような反応焼結法によって被削材を作製した。

まず、純鉄粉および純アルミニウム粉をボールミルでそれぞれ Al 含有量が 16, 25, 30, 48, 55, 60mass% となるように混合した。次に、混合粉末の反応焼結を Ar 雰囲気中のホットプレスで行った。ホットプレスは Al 融点以下の 40MPa, 630°C で 1h の予備焼結を行い Al を金属間化合物化させた後、温度を上昇させ 40MPa, 1000°C で 1h 焼結した。さらに、 $\text{Fe}_3\text{Al}$  については、 $\text{D0}_3$  型構造の規則化のため大気中 400°C で 4h 加熱後炉冷した。作製した焼結体は X 線ディフラクトメータを用いた構造解析を行い単相の金属間化合物であることを確認した。

得られた焼結材の破壊靱性値をシャルピー式衝撃試験によって測定した。試験片の形状は 4mm×4mm×30mm の形状で深さ 0.5mm 幅、0.1mm の U 字ノッチをワイヤー式放電加工機によって作製した。

### 6.2.2 断続切削による被削性の評価

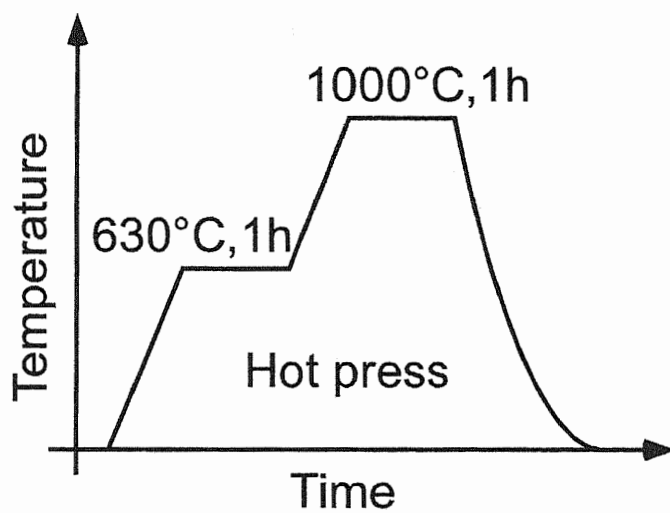
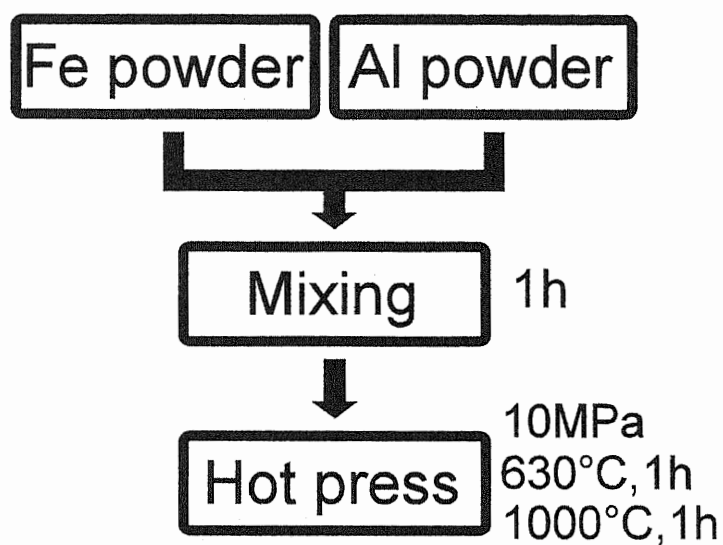
上記の粉末焼結法によっても Al 含有量の高い  $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$  では、クラックを生じ、円柱状の被削材として十分な大きさの試料を得ることが出来なかった。そこで、クラックのない部分から幅 16mm，厚さ 10mm の試験片を切り出し、図 6.2 に示すような治具に固定し、旋盤による断続切削を行った。第 5 章で示したように、Al 含有量が 30mass% 以下の Fe-Al 金属間化合物の切削時には著しい工具摩耗が生じるため、切削速度は工具摩耗が小さい 0.1m/s とし、送り量  $f$  は 0.1mm/rev，切り込み量  $t$  が (0.02mm, 0.05mm および 0.1mm) における被削性を評価した。また、工具には切れ刃傾き角 5°，横すくい角 0°



ノーズ半径の超硬 P20 (WC-TiC-TaC-Co) のスローアウェイチップを使用した。

### 6.2.3 工具寿命の評価

Al含有量が30mass%以下の金属間化合物を直径45mm, 幅10mmの円盤状に切り出し, 旋削時の工具寿命を調べた。切り込み量, 送りはおよび工具形状は第5章と同一の0.05mm および0.1mm/revとし, 切削速度Vを0.5m/sから2.0m/sとした。工具材質は一般に鉄系材料用のWC-TiC-TaC-Co系超硬工具P20を用いた。さらに, Fe-Al金属間化合物の最適工具材質を検討するため, Al含有量が16mass%の $\text{Fe}_3\text{Al}$ については, アルミニウム系材料の切削に用いられるWC-Co系超硬工具K20, およびサーメットの(TiC-TaC-Ni-Mo)を用いた評価も行った。以上のような切削条件(表6.1)による結果と高炭素鋼SK3(1.03mass%C)を超硬工具P20を用いて切削した結果との比較を行った。



Hot press condition

Fig.6.1 Sample preparation of the sintered Fe-Al intermetallic compound.

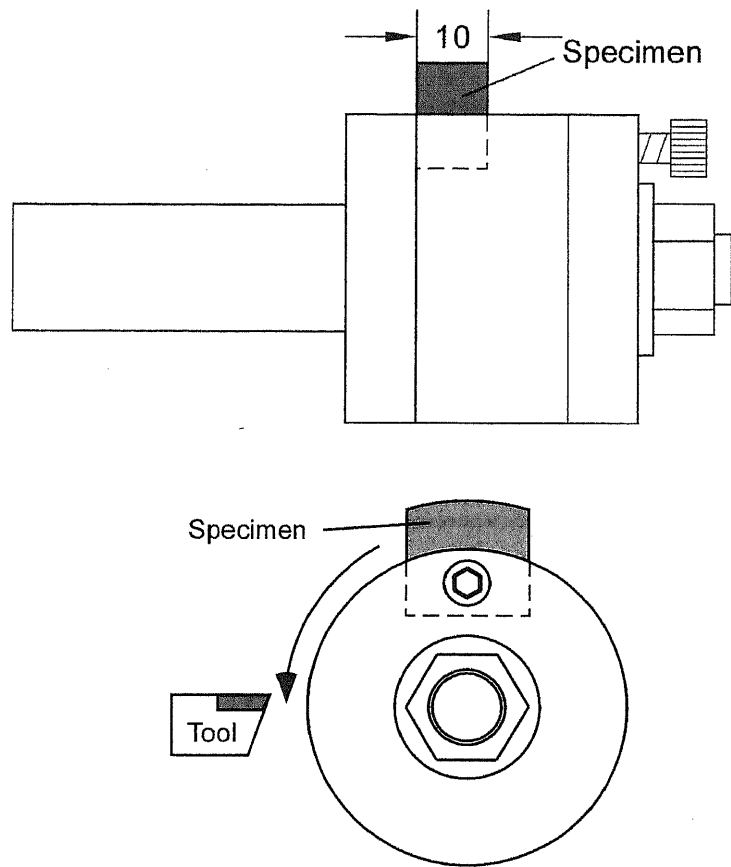


Fig.6.2 Schematic illustration of cutting test.

Table6.1 Cutting condition of tool life test.

Tool material	cemented carbide K10 (WC-Co) P20 (WC-TiC-TaC-Co) cermet (TiC-TaC-Ni-Mo)
Cutting speed(m/s)	0.5, 1.0, 1.5, 2.0
Feed rate(mm/rev)	0.1
Depth of cut(mm)	0.05
Cutting atmosphere	dry
Comparison material	JIS SK3 (1.03%C, hardness :243HV)

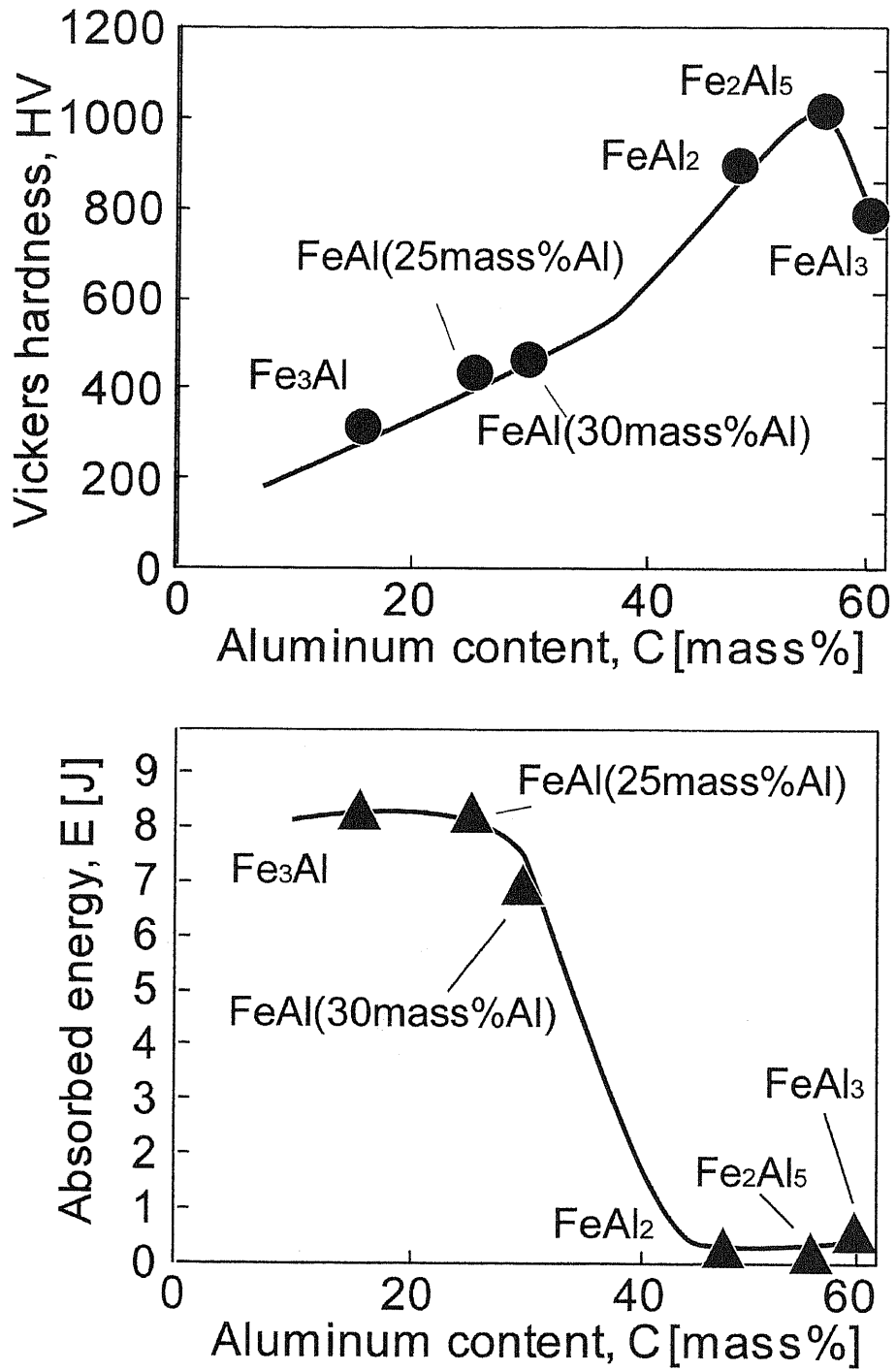


Fig.6.3 Vickers hardness and absorbed energy of Fe-Al intermetallic compounds.

## 6.3 実験結果

### 6.3.1 Fe-Al系金属間化合物の加工面と切り屑

図 6.3 にそれぞれ Fe-Al 系金属間化合物焼結体のビッカース硬さおよびシャルピー衝撃値を示す。硬さと衝撃値は逆の関係にあり、Al 含有量が増加すると硬さは上昇するが、破壊靱性は 30mass% の以上の化合物では著しく低下していることが分かる。

図 6.4 はそれぞれ切り込み  $t$  が 0.1mm で切削した時の加工面の SEM 写真である。Al 含有量が 30mass% 以下の材料では、Al 含有量が増加するほど加工面は滑らかになる傾向がある。第 5 章のアルミナイズド鋼の切削加工では、Al 含有量が 16mass% 以下の Al 固溶層において加工面の粗さは最も小さく、およそ 30mass% 領域では加工面に割れが認められたが (図 5.14)、単相材で割れは認められない。図 6.5 (a) - (c) は Al 含有量が 30mass% 以下の材料の切り込み量  $t$  が 0.05mm の場合の切り屑の SEM 写真である。切り屑の大きさは Al 含有量が多くなり破壊靱性値が低くなるほど小さくなるが、切り屑形状は全て「流れ型」[8]を呈し、延性的な切削が行われていることがわかる。アルミナイズド鋼での加工面の割れは、FeAl 層/Al 固溶層の界面剥離に起因するものと思われる。

一方、Al 含有量が 30mass% を超える  $\text{FeAl}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ 、 $\text{FeAl}_3$  では、切り込み量  $t$  が最も小さい 0.02mm の場合においても加工面に全体にわたって割れが生じている。これらの化合物の切り屑形状図 6.5 (d) - (f) は、脆性的な「き裂型」[8]である。このことから、Al 含有量が 48mass% 以上の Al 含有量の高い金属間化合物では、いずれの切削条件においても材料は脆性破壊を生じるため加工面の形成は難しいことがわかる。

### 6.3.2 Fe-Al系金属間化合物切削時の工具摩耗と加工面

図 6.6 は Al 含有量が 16mass% ( $\text{Fe}_3\text{Al}$ )、25mass% ( $\text{FeAl}$ )、30mass% ( $\text{FeAl}$ ) および比較材 SK3 を切削後の工具刃先の SEM 写真である。写真は、逃げ面摩耗 VB が 0.2mm に達したときの工具である。SK3 を切削した場合には、すくい面、逃げ面の両面に溝状の境界摩耗が認められる。このような鋼の切削時の境界摩耗は、切削熱による被削材の酸化が原

因であることが Ohno ら[9,10]によって明らかにされている。また、すくい面状には、クレーター摩耗も認められる。

一方、Fe-Al系金属間化合物を切削した場合には、逃げ面の摩耗が大きく凝着物が逃げ面上付着していることがわかる。また、Al含有量が増加するほどすくい面状の凝着物は減少している。Fe-Al系金属間化合物の切削時にはすくい面の摩耗よりも逃げ面摩耗が工具は寿命に達すると考えられる。そこで、逃げ面摩耗幅VBの測定を行った。

図6.7に切削時の逃げ面摩耗幅VBと切削時間Tの関係を示す。逃げ面摩耗VBは切削時間が長く切削速度が速い場合ほど大きくなる。また、Al含有量が25mass%以上の材料では、急激に摩耗が大きくなっている。すなわち、Al含有量が多い材料ほど工具摩耗が著しい材料であることが分かる。

図6.8にこれらの材料の加工面の中心線平均粗さRaを示す。図中には工具形状、切り込み深さおよび送り量の切削条件によって幾何学的に決まる理論粗さを示した。ここで理論粗さのRa値は工具刃先が3角山である場合を仮定し、最大高さRyから $Ra = Ry/4$ の関係式を用いて求めた。全ての切削速度において、Fe-Al系金属間化合物を切削した場合のRaはSK3を切削した場合よりも小さく理論粗さに近い値となっている。SK3では特に切削速度が遅い場合にすくい面状の凝着が構成刃先へと成長するが、Fe-Al系金属間化合物はすくい面上の凝着物が少なかったことによるものと思われる。しかし、工具摩耗が最も大きい切削速度 $V=1.5\text{m/s}$ ではRaはばらつきと共に大きくなる傾向が認められる。

### 6.3.3 Fe-Al系金属間化合物の被削性に及ぼす工具材質の影響

図6.9に、Al含有量が16mass%の $\text{Fe}_3\text{Al}$ をK10、P20およびサーメットの3種類の工具で切削した場合の工具刃先のSEM写真を示す。いずれの工具においても逃げ面の摩耗が大きく、凝着物が逃げ面上付着していることがわかる。さらに、サーメットでは凝着物は他の工具よりも減少するが、全ての切削速度でチップングが生じている。

図6.10は3種類の工具を用いて切削したときの逃げ面摩耗幅VBと切削時間Tの関係で

ある。工具摩耗は K10 を用いた場合よりも P20 のほうが小さいことが分かる。サーメットは K10 よりも工具摩耗は小さいが、刃先のチップングは切削中にも度々生じるため逃げ面摩耗幅 VB は不規則に上昇している。

図 6.11 に  $\text{Fe}_3\text{Al}$  を K10, P20 およびサーメットの 3 種類の工具で切削したときの加工面の SEM 写真を示す。加工面は、工具摩耗の影響が小さい切削距離が 10m 以下のものである。工具摩耗が最も大きい K10 で切削の場合には、加工面に白い斑点状の欠陥が多く存在している。図 6.12 はこの白い斑点状の欠陥を高倍率で撮影したものであるが、被削材が引き剥がされている様子が確認できることから、工具刃先あるいは逃げ面との凝着によって生じたものであると考えられる。P20 を用いた切削では、この様な欠陥は K10 よりも少ない。一方、サーメットを用いた場合には切削の送りマークは最も鮮明に現れているが、切削速度が最も大きい  $V=2.0\text{m/s}$  の場合には工具が切削開始直後にチップングし、工具振動を引き起こしたために「びびり模様」[9]となっている。



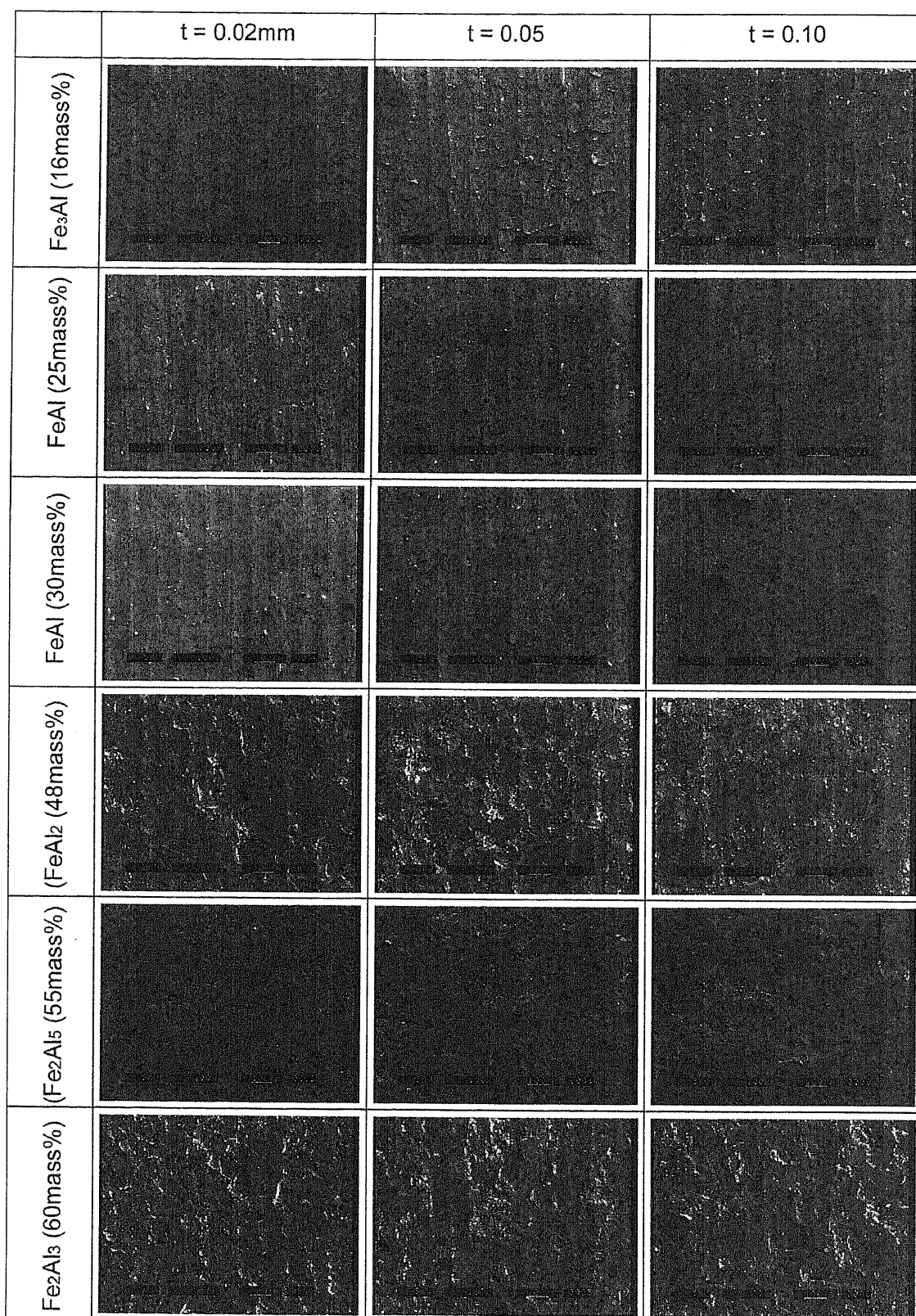


Fig.6.4 Machined surface by intermittent cutting of Fe-Al alloy.

$t=0.05\text{mm}$

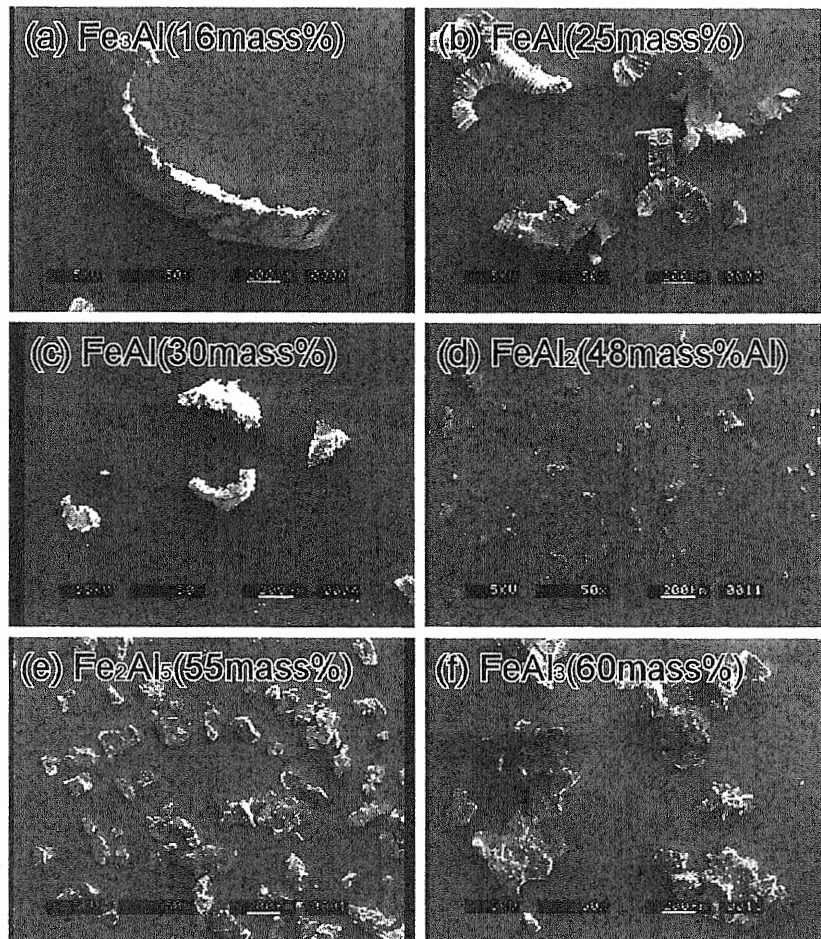


Fig.6.5 Chip shapes of Fe-Al alloy in intermittent cutting.

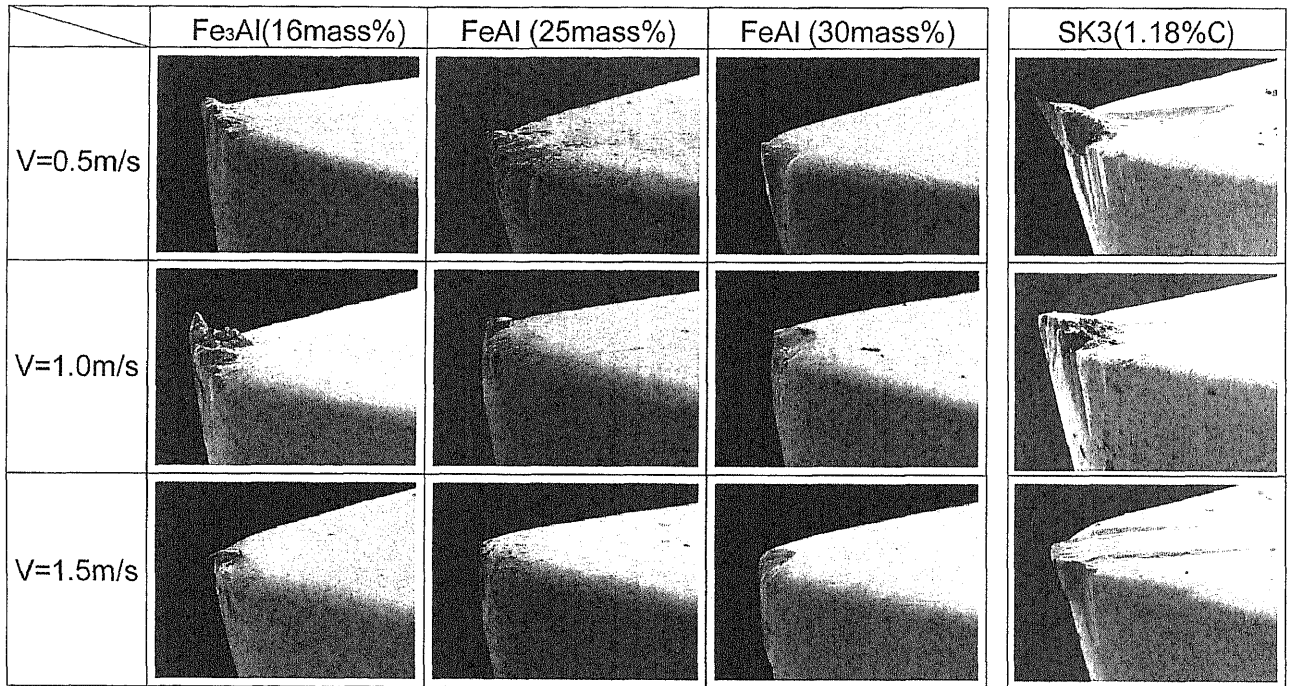


Fig.6.6 SEM micrographs of tool tips after cutting Fe-Al intermetallic compound.

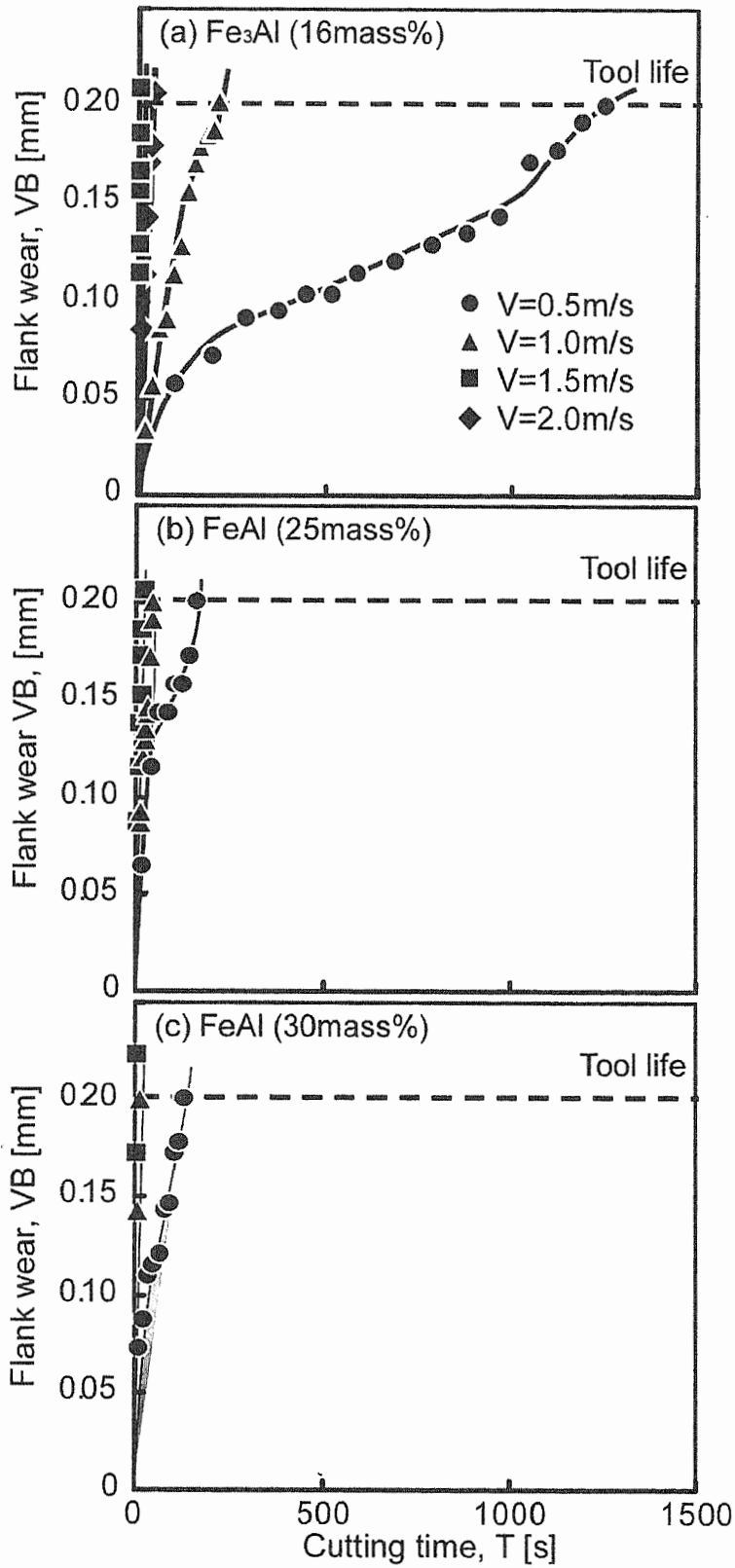


Fig.6.7 The variation of flank wear, VB, with cutting time, T.

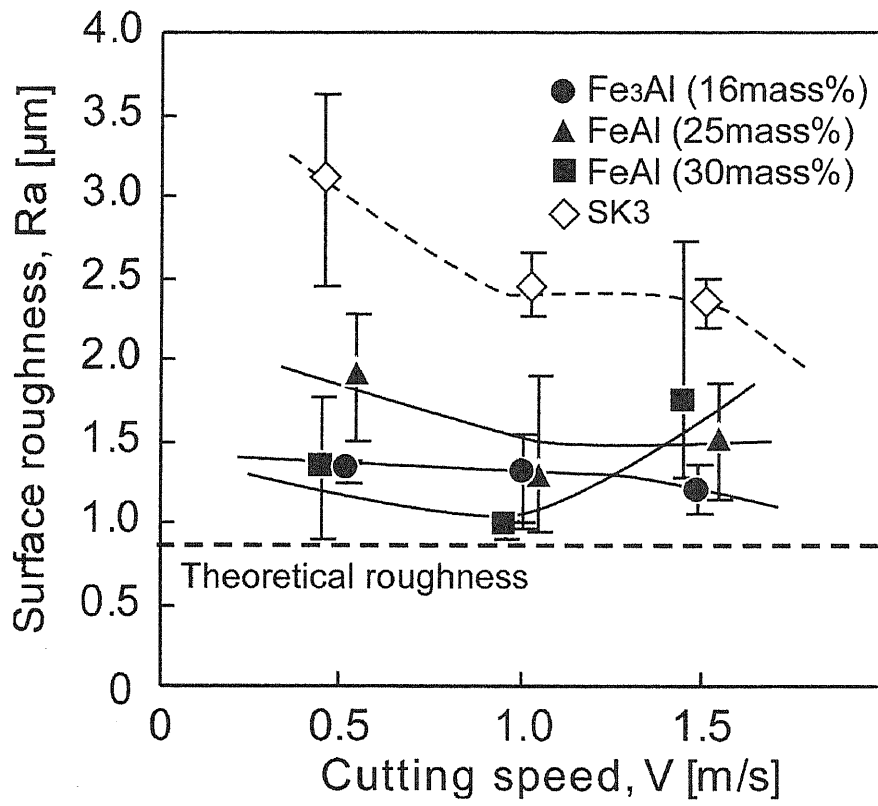


Fig.6.8 Surface roughness, Ra, of Fe-Al alloy with lower Al content.

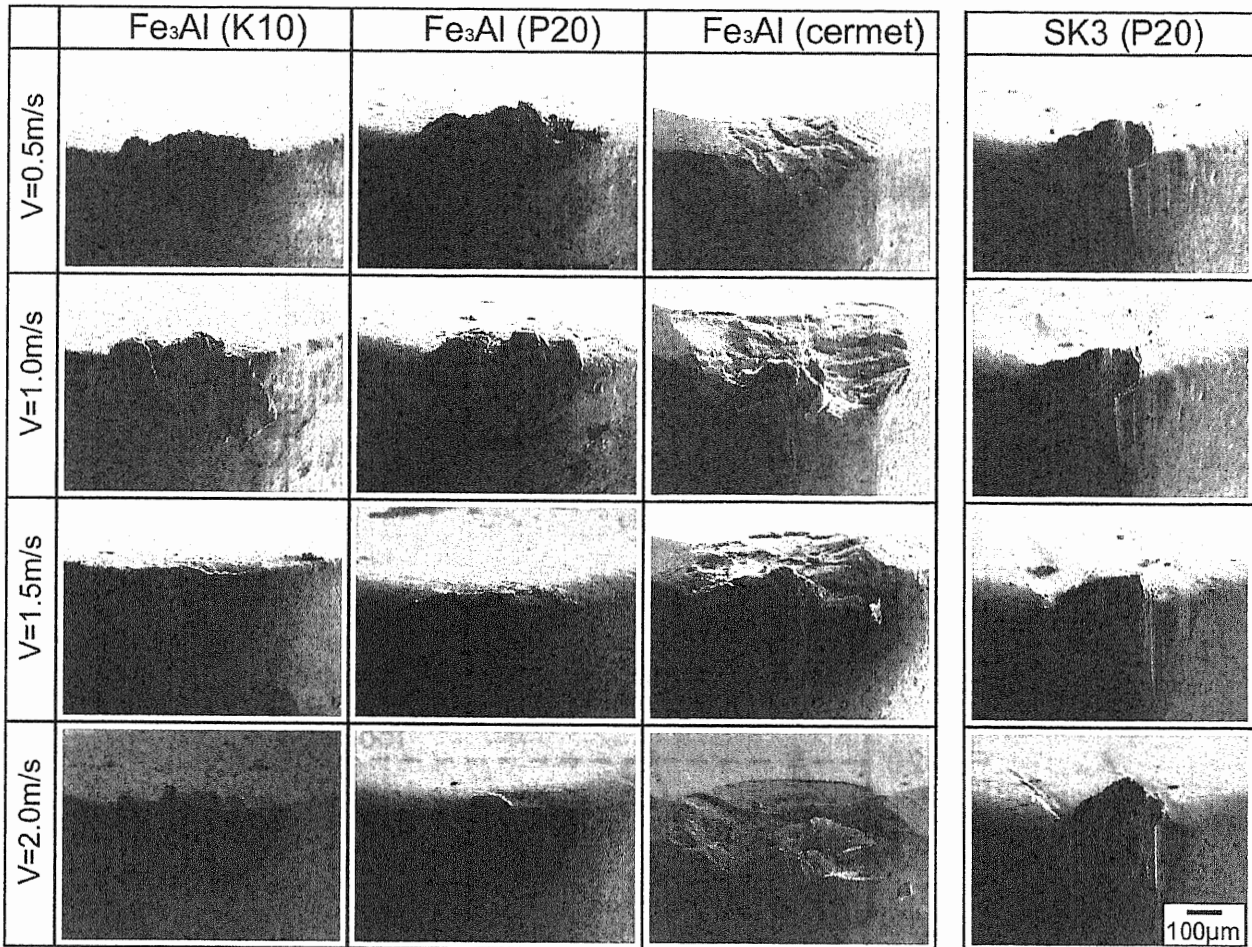


Fig.6.9 Micrographs of tool tips after the cutting tests. (Flank wear VB ≈ 0.2mm).

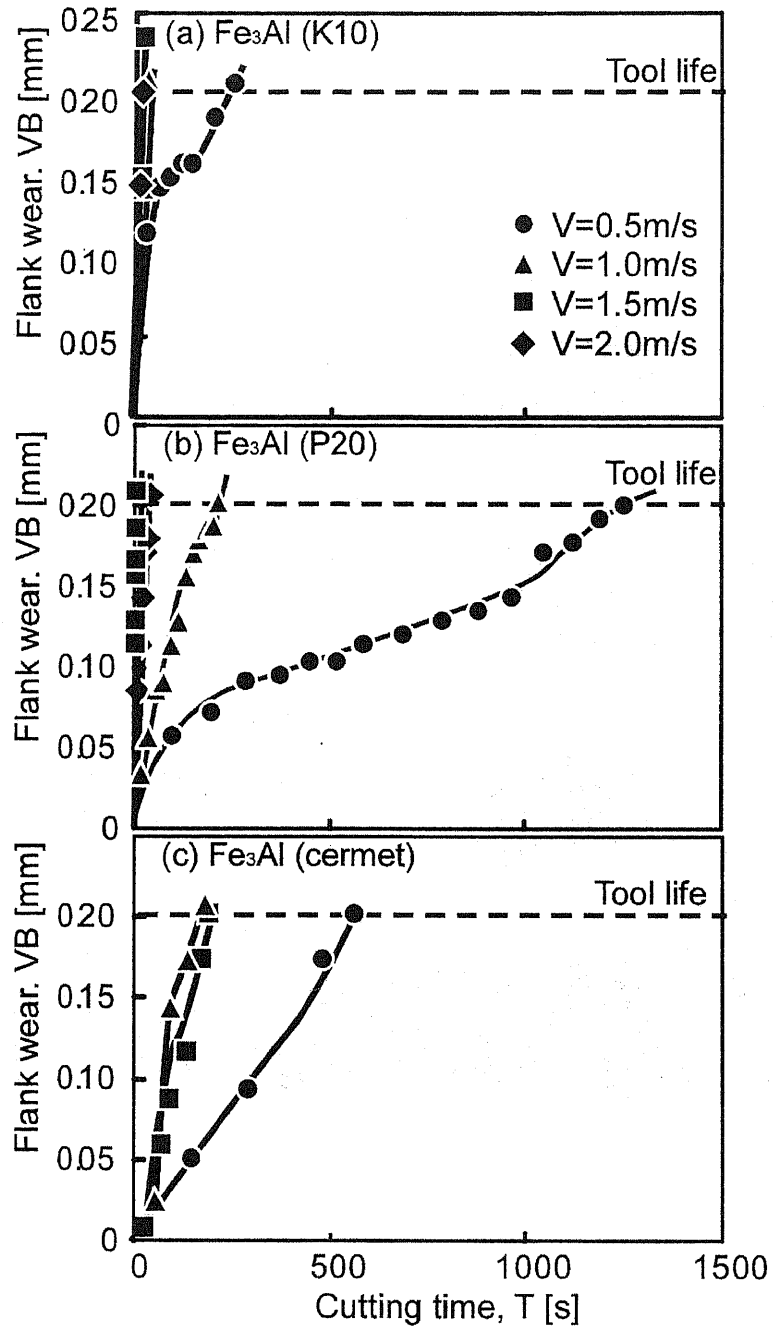


Fig. 6.10 Relationship between flank wear width, VB, and cutting time, T.



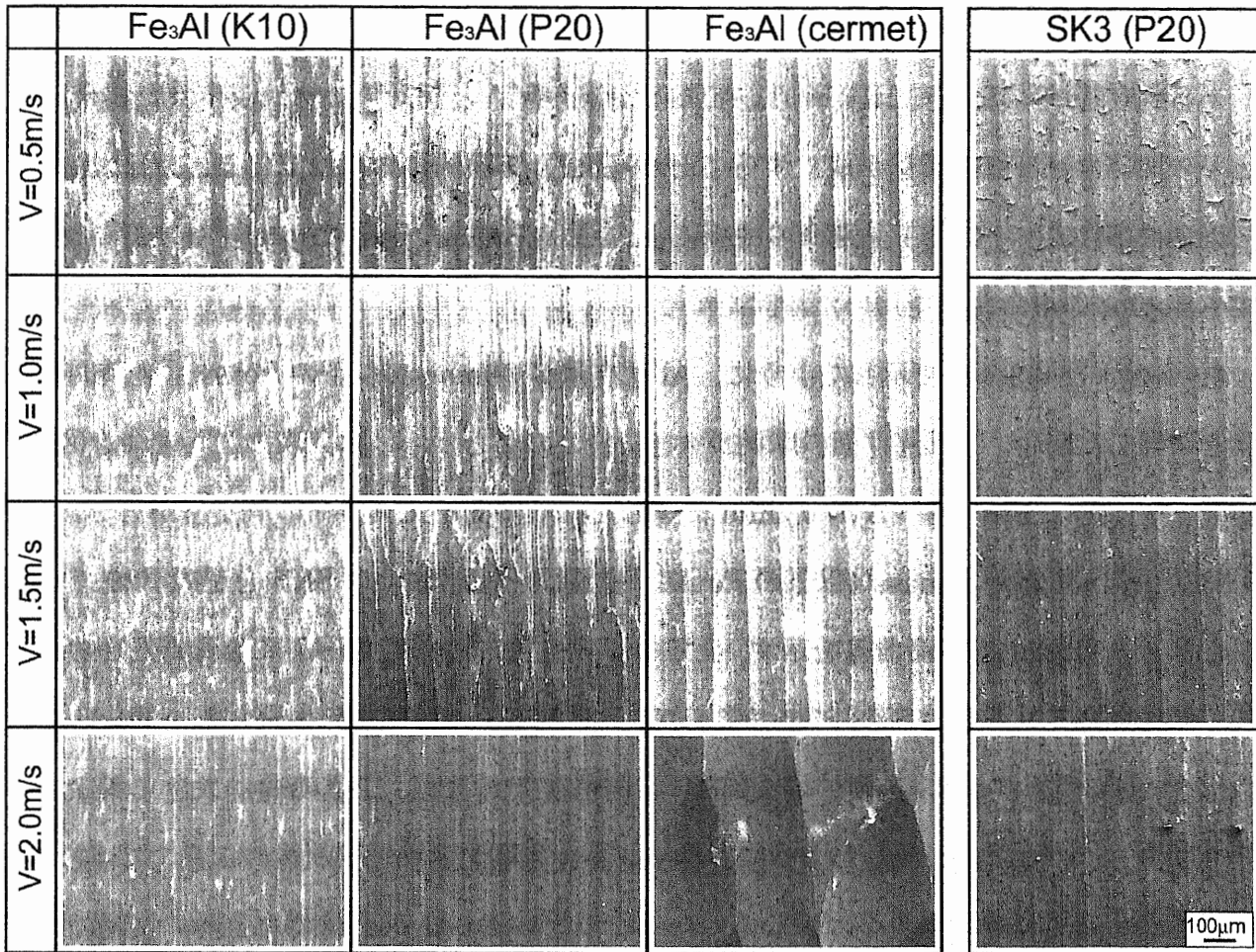


Fig.6.11 SEM micrographs of the machined surfaces of SK3 and Fe<sub>3</sub>Al

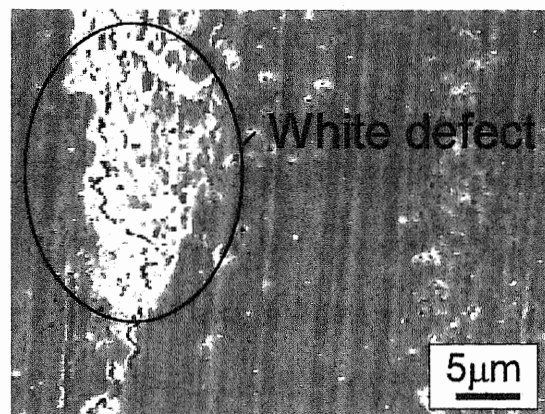


Fig.6.12 Machined surface at high magnification using cemented carbide tool K10.

Cutting speed  $V = 2.0\text{m/s}$ .



## 6.4 考察

### 6.4.1 Fe-Al 系金属間化合物切削時の工具寿命

ある判定基準に基づき工具寿命  $T_L$  を求め切削速度  $V$  と両対数でプロットした場合、 $T_L$  と  $V$  の間にはほぼ直線関係が成立することが経験的、実験的に知られている。これは Taylor の寿命曲線[10]と呼ばれ工具寿命の評価によく用いられる。そこで、本実験の結果についても Taylor の寿命曲線を用いた検討を行う。

6.3.2 および 6.3.3 節で示したように、Al 含有量が 30mass%以下の Fe-Al 系金属間化合物を切削した場合、工具逃げ面の摩耗が大きい。このことから、本実験の工具寿命を図 6.7 示すように逃げ面摩耗幅  $VB$  が 0.2mm に達した切削時間を工具寿命の判定基準とした。図 6.13 に Al 含有量が 30mass%以下の Fe-Al 系金属間化合物および SK3 を超硬 P20 で切削したときの Taylor の寿命曲線を示す。全ての切削速度において Fe-Al 系金属間化合物を切削した場合の工具寿命は SK3 に比べて 1/10 以下である。Al 含有量が最も低い  $Fe_3Al$  の硬さは 312HV であり SK3 の硬さは 253HV と同程度であるが、工具寿命は大きく異なる。図 6.6 および図 6.9 にも示したように、Fe-Al 系金属間化合物の切削後の工具では SK3 に比べて逃げ面に凝着物が多く付着していた。このため Fe-Al 系金属間化合物の切削では機械的なアブレシブ摩耗よりも拡散摩耗が主体であることが予測される。摩耗の原因の詳細については後節で述べる。

図 6.14 は  $Fe_3Al$  を K10, P20 およびサーメットの 3 種類の工具で切削したときの寿命曲線を比較したものである。K10 および P20 を比較した場合、P20 の方が工具寿命は長くなっている。前述の通り Ti-Al 系の金属間化合物では、TiC 粒子を含む P 系の超硬工具よりも K 系の超硬工具の方が工具摩耗は小さいことが報告されているが[5]、Fe-Al 系では P 系工具の寿命が長い。一方、サーメットの寿命曲線の傾きは大きく他の工具に比べて大きくなっている。これは、K10 および P20 は摩耗によって工具寿命に達したのに対して、サーメットでは、全ての切削速度においてチップングによって工具寿命に達したためである。

以上のことから、K10, P20 およびサーメットのうち、Fe-Al 系金属間化合物に対して

は、P20 工具が最も有効であることが分かった。

#### 6.4.2 工具摩耗の機構

Al 含有量が 30mass%以下の Fe-Al 系金属間化合物の硬さは、300-400 程度であるにもかかわらず、工具寿命は同程度の硬さの高炭素鋼に比べて遙かに低い。図 6.15 は  $\text{Fe}_3\text{Al}$  を切削時の刃先温度を赤外線放射温度計を用いて第 5 章と同様の方法で測定した結果である。SK3 を切削した場合の切削温度はおよそ 250-400°C であるのに対して、 $\text{Fe}_3\text{Al}$  切削時はいずれの工具を用いた場合も 400°C 以上である。このことから、工具摩耗の主な原因は第 5 章でも示したように、切削時の温度上昇による拡散摩耗である可能性が高い。切削温度が高くなると超硬工具の結合相である Co 相が被削材中へ拡散することで欠乏し、強化粒子を脱落させることはよく知られている。また、この現象は金属間化合物  $\text{TiAl}$  の切削においても確認されている[5]。

図 6.16 は図に示した  $\text{Fe}_3\text{Al}$  を K10 および P20 で切削したときの工具逃げ面の SEM 写真である。逃げ面状に付着した凝着物はケラー試薬 (10% $\text{HNO}_3$ +1.5% $\text{HCl}$ +1% $\text{HF}$ ) によって溶解させた。いずれの場合にも硬質粒子が脱落しているのが認められる。P20 工具では、K10 工具に比べて逃げ面の粗くなっているが、工具摩耗は図 6.7 で示したように P20 の方が小さい。

図 6.17 は図 6.16 に示した工具逃げ面の断面写真である。断面は研磨後、村上試薬 ( $\text{H}_2\text{O}$ :100ml,  $\text{KOH}$ :10,  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ ) で腐食させたものである。図 6.17 (a)および(b)の K10 ではおよそ 0.5 $\mu\text{m}$  程度の WC が存在し、凝着と工具との界面は直線的である。一方、図 6.17 (c)の P20 工具では 0.5-2 $\mu\text{m}$  程度の TiC 粒子 (灰色領域) および WC 粒子 (白色領域) が確認できる。また、WC 粒子のへこみ部分は TiC 粒子よりも大きい事が確認できる。すなわち、WC の摩耗速度は TiC 粒子に比べて大きい事が分かる。一方、K10 では、WC 粒子のみを含み、かつ WC 粒子径が小さいためこれらが均一に摩耗したため凝着と工具との界面は P20 に比べて直線的であると思われる。このことが原因で、TiC を含む P20 工具

ではK10に比べて摩耗が生じ難くなったことが推測される。

### 6.5 小括

Fe-Al系の金属間化合物 ( $\text{Fe}_3\text{Al}$ ,  $\text{FeAl}$ ,  $\text{FeAl}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  および  $\text{FeAl}_3$ ) を粉末焼結法によって作製し、これらの化合物の被削性を旋削によって評価し以下のような結論を得た。

- 1) Al含有量が30mass%以下の材料を切削した場合、切り屑形状は全て「流れ型」を呈し、延性的な切削が可能であった。また、この場合、被削材のAl含有量とともに硬さが増加するほど加工面粗さは小さくなった。
- 2) 一方、Al含有量が30mass%を超える  $\text{FeAl}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ ,  $\text{FeAl}_3$  では、試験を行った全ての切削条件で、切り屑は脆性的な「き裂型」であり、加工面には割れを生じ粗さが増加した。
- 3) Al含有量が30mass%以下の材料を切削した場合、工具寿命はAl含有量が多くなるほど短くなった。
- 4)  $\text{Fe}_3\text{Al}$  を切削したときの工具寿命は炭素鋼SK3をP20で切削した場合のおよそ1/10であり、K10よりもP20の方が長い。一方、サーメット工具では全ての切削速度においてチップングにより工具寿命に至った。
- 5) また、仕上げ面粗さは、全ての工具においてSK3よりも小さいが、サーメット工具では切削速度が2.0m/sの場合、チップングのため粗さは著しく上昇した。
- 6) 工具材質中のTiC粒子はWC粒子に比べて摩耗し難いため、Fe-Al系金属間化合物切削に対してはP系の超硬工具が適していることがわかった。

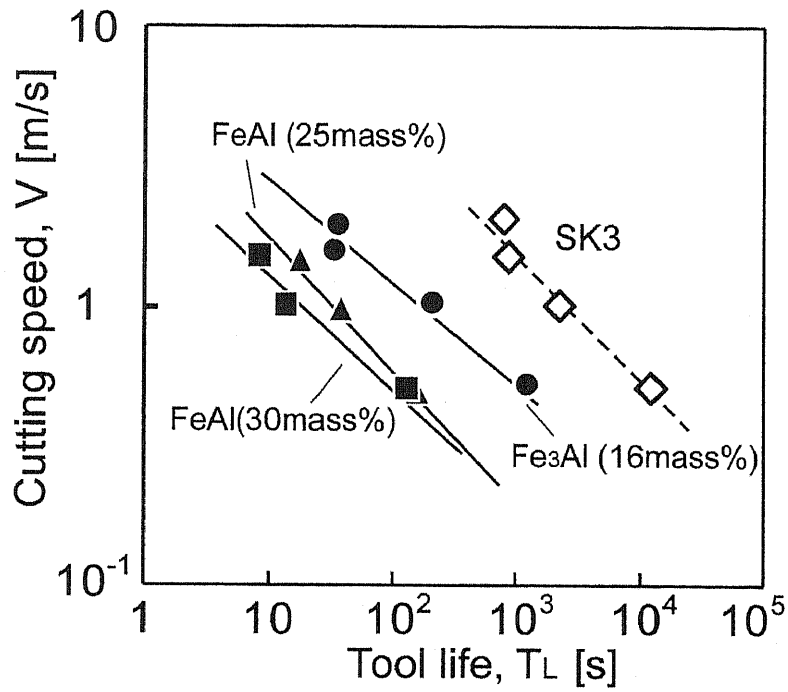


Fig.6.13 Taylor's tool life curve of Fe-Al intermetallic compounds.

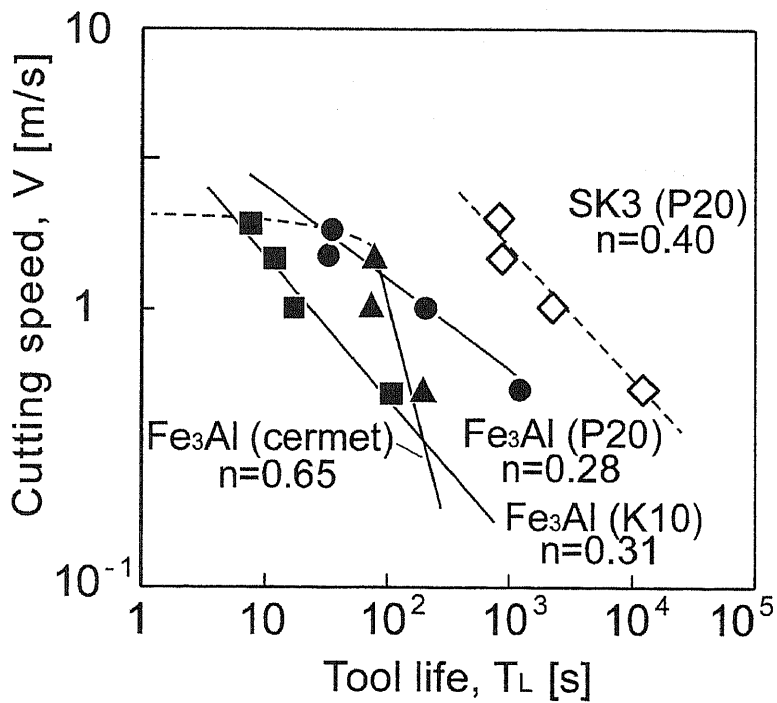


Fig.6.14 Taylor's tool life curve for various tool materials.

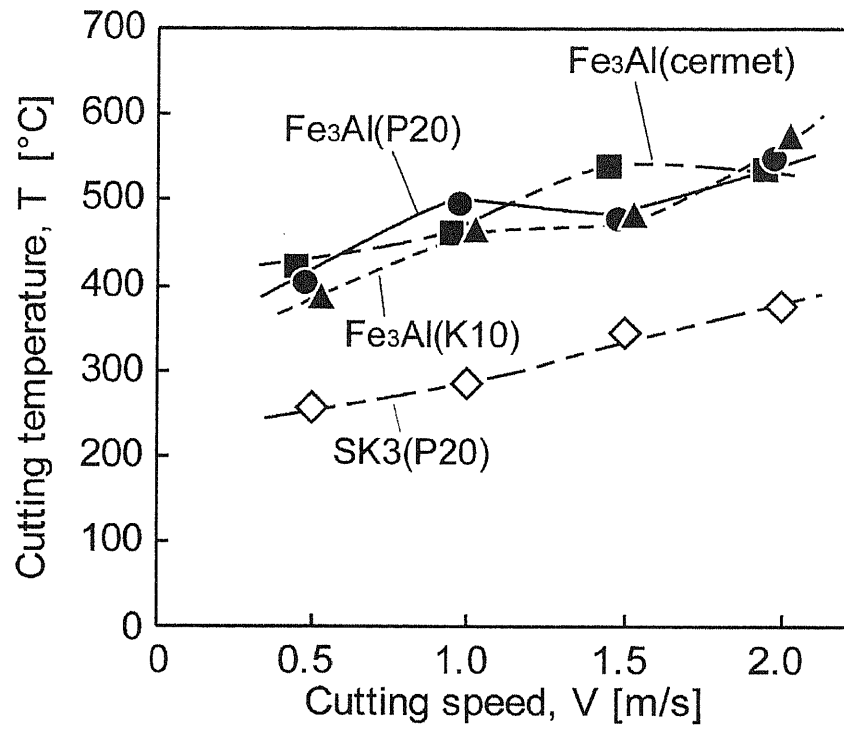


Fig.6.15 Tool temperature in cutting of Fe<sub>3</sub>Al measured by inferred thermometer.

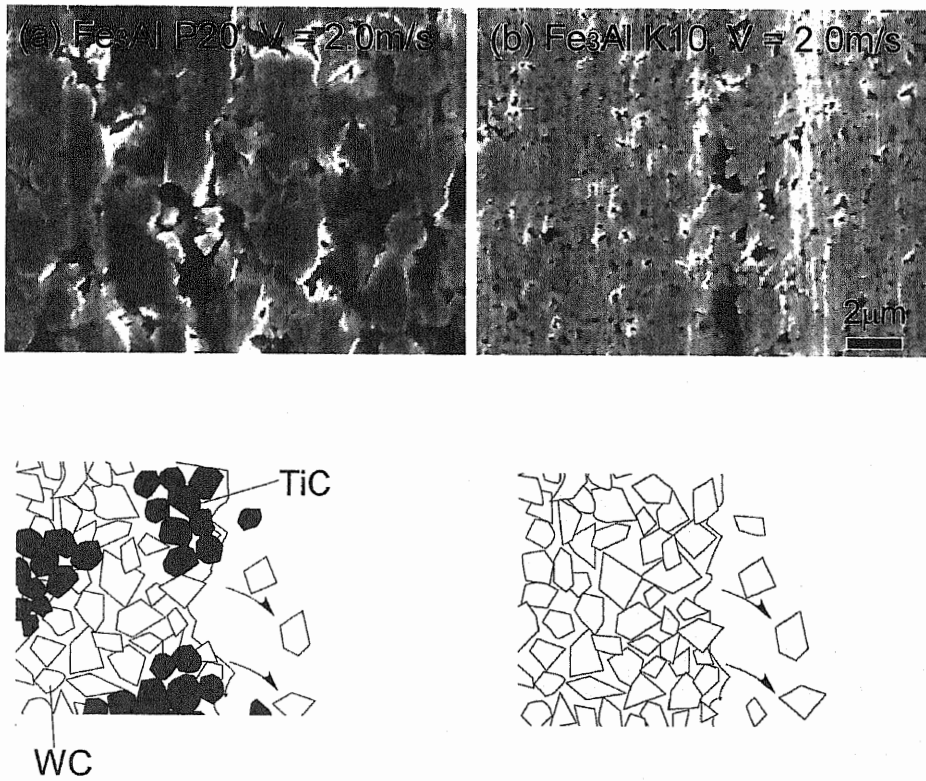


Fig6.16 SEM micrographs at high magnification of flank face after cutting test.

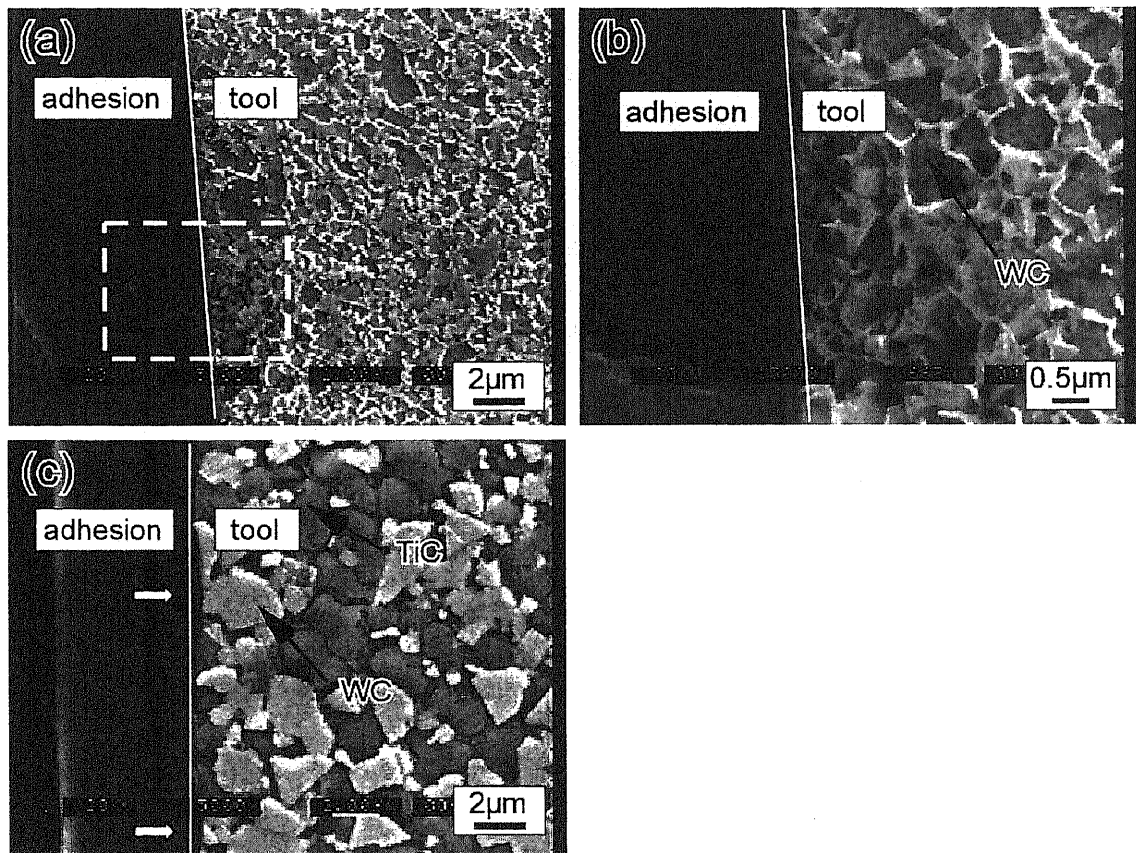


Fig.6.17 Cross sectional micrographs of the flank face. (a), (b) and (c) are K10, K10 at high magnification and P20, respectively. Cutting speed  $V$  is 2.0m/s.

第6章の文献

- [1] Y. Nishino and Y. Makino: Mater. Sci. Eng., A319-312(2001)368.
- [2] A.Brink, C.Engelke, H.Neuhauser: Mater. Sci. Eng., A234-236(1997)418.
- [3] S.Hanada, S.Watanabe, T. Sato and O.Izumi: Scr. Metall., 15(1981)13458.
- [4] N.S.Stloff: Mater. Sci. Eng., A319(1998)1.
- [5] T.Furusawa, H. Hino, S. Nakamura, S.Tsuji: 日本機械学会論文集 (C編) , 64(1998) 3191.
- [6] T.Furusawa, H. Hino, S.Tsuji, S.Koroyasu, A.Ichikawa: Trans. ASME. J. Eng. Mater. Technol., 126(2004)506.
- [7] S.Chowdhuri, S.S.Joshi, P.K.Rao, N. B. Ballal: Journal of Materials Processing Technology, 147(2004)131.
- [8] 竹山秀彦: 切削加工, 丸善, (1980)119.
- [9] 大野幸彦, 竹山秀彦: 精密機械, 41(1975),287
- [10] H.Ohono, H.Takeyama: Pikelharing, Annals of CIRP, 15(1966)205.



## 第7章 総括

鉄鋼材料の耐食性を向上させる表面改質手法として、熔融アルミニウムめっきによる鋼の「アルミナイジング」は自動車産業を中心とした需要から 1950 年頃より工業的に利用されてきた。しかし、従来の 700-850°C の温度範囲で行う熔融めっきや熔融めっき後の拡散処理で形成される合金層は Al 含有量が多く脆い金属間化合物で構成されるため、塑性加工や機械加工等の加工性低下や熱応力による被膜の破壊が問題となっていた。このため、添加元素や拡散条件によって合金層の成長を抑制することによる加工性の改善が図られてきたが、アルミナイズド鋼の適用範囲は耐食性用途に限られたものであった。一方、FeAl 等の Al 含有量の低い金属間化合物は比較的靱性が高く単体でも構造材料としての実用が期待されているにもかかわらず、アルミナイジングによる Al 含有量の低い金属間化合物の形成を目的とした研究はほとんど行われてこなかった。

本研究ではアルミナイジングによって形成される合金層の形成過程を拡散温度、時間等の拡散条件および素地鋼の炭素含有量などの因子から検討した。さらに、得られた知見を基に Al 含有量の低い合金層を形成させる手法を新たに「高温アルミナイジング」として位置づけ、高温アルミナイズド鋼および合金層の摩耗特性と併に製造段階で必要になる被削性を評価することで適用範囲拡大の可能性を検討することを目的とした。

本章では各章で得られた結果を総括し本論文の結論、今後の展望について述べる。

第2章および第3章では、熔融アルミニウムめっきおよび熔融アルミニウムめっき後の拡散処理で形成される合金層について検討を行った。熔融アルミニウムめっきのみを用いた場合に形成される合金層は全て  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$  単相であり、Al 含有量の低い合金層は形成されないことが判明した。その原因は、合金層のアルミニウム浴中への溶出によるものであり、熔融アルミニウムめっき鋼に対して拡散処理を行うような合金層の溶出が生じない場合には、900°C 以上の拡散処理で FeAl および Al 固溶層から成る合金層が形成されることを示

した。従って、アルミナイジングによる Al 含有量の低い合金層の形成にはアルミニウムめっきおよび拡散処理の 2 段階の処理が必要であると考えられる。別の方法として、アルミニウム浴中へ合金層の溶出を抑制する元素を添加することも興味のある課題である。

また、この Al 含有量の低い合金層の形成には素地鋼がオーステナイト単相となるようなおよそ 900°C 以上の高温での拡散処理が必要であり、それ以下の拡散温度では反応の活性化エネルギーが上昇し Al 含有量の低い合金層は形成され難くなることがわかった。高温での拡散処理は素地鋼の強度を低下させるが、高温で拡散処理したアルミナイズド鋼の処理被膜の硬さは表面から連続的に減少するため、アルミナイジング後に調質熱処理を加えることも十分可能であると考えられる。さらに、900°C までの温度環境下なら合金層の成長速度は小さく処理被膜は比較的安定であり、耐食性の維持も期待できる。

一方、熔融アルミニウムめっきに替わる方法としてアルミニウム箔と鋼を接合し、合金層が形成されていない状態から Al の拡散を行う「箔アルミナイジング法」を開発し、熔融アルミニウムめっきの場合に比べて、ポイドが少なく Al 含有量の低い合金層が短時間の拡散処理で形成されることが分かった。この違いはおそらくアルミニウム箔の厚みや拡散処理の温度履歴など影響によるものであるが、支配的な因子については不明である。合金層抑制元素として利用されている Si を添加した場合の影響についても検討が必要である。

第 4 章では、Al 含有量の低い合金層は従来の  $Fe_2Al_5$  から成る合金層よりも耐摩耗性に優れ、高温でのアルミナイジングによる Al 含有量の低い合金層の形成は耐摩耗性を向上させる手段として有効であることを示した。さらに、第 5 章および第 6 章では、900°C 以上で Al の拡散処理を行う手法を新たに「高温アルミナイジング」として位置付け、アルミナイズド鋼の新たな利用法として機械用部品を想定し、製造工程で必要となる切削加工時における被削性を調べた。Al 含有量の低い合金層を切削した場合には著しい工具摩耗が生ずるが、切削速度を 0.1m/s 程度であれば工具摩耗は低減されることが分かった。現状の超硬工具材質では鉄系切削用の P 系が最も工具寿命が長いことを示したが、CBN やダイヤモンド

ンド工具を用いた切削加工の検討も視野に入れる必要がある。しかし、高温アルミナイズド鋼は仕上げ面粗さも小さいことから高精度な機械用部品としての利用は十分期待できる。

以上のように、本研究は高温アルミナイジングによって鋼の耐食性のみならず耐摩耗性が著しく改善することを示した。また、この処理によって得られた材料は切削加工時に著しい工具摩耗が生ずるものの、現状の超硬工具でも切削加工は可能であり仕上げ面粗さも小さいことから更なる応用の可能性を示した。高温での拡散処理による素地鋼の強度低下の防止や工具摩耗の低減が今後の課題ではあるが、塑性加工時の変形能、焼き入れ、焼き戻しなどの熱処理、工具材質の検討などのさらなる研究の可能性が残されている。

## 謝辞

研究室に在籍した6年間、研究の遂行に当たり懇切丁寧な御指導、研究生活における豊富な御助言を賜りました担当教官である八高隆雄教授に深く感謝致します。また、研究室に在籍中の4年間、研究に関する御助言、実験技術の丁寧な御指導を頂いた足利工業大学講師 小林重昭博士に深く感謝いたします。本論文のアブレジブ摩耗の実験の中で、論文作成の助言、セメントタイト試料を提供して頂いた豊橋技術科学大学 梅本実教授ならびに戸高義一博士に深く感謝いたします。

金属間化合物焼結体試料の作製では、お忙しい中ホットプレスによる試料作製だけでなく実験遂行上の御助言を頂いた神奈川県産業技術総合研究所 横内正洋博士に深く感謝いたします。また、ホットプレス装置の使用に便宜を図って頂いた同研究所 高木眞一博士に深く感謝いたします。博士には、研究に関する御助言も頂きました。厚く御礼申し上げます。アルミナイジングの研究の遂行の中で御助言、御協力頂いた東京電機大学 一瀬謙輔教授に深く感謝いたします。さらに、本論文の審査委員として多くの御助言を頂いた井口栄資教授、川井謙一教授、福富洋志教授、向井剛輝助教授に深く感謝いたします。

試験片や実験装置の作製に当たり、機械加工に関する丁寧なご指導を頂いた本学機械工場 篠原維氏をはじめ機械工場の皆様方に深く感謝いたします。EPMAによる試料分析に当たり、試料作製技術、装置の使用方法など丁寧にご指導頂いた本学機器分析センター 根岸洋一氏ならびに中越雅道助教授に深く感謝いたします。実験装置や試験片の作製など技術的な問題に関してご支援を頂きました岡安和人氏、大浪文夫氏に深く感謝いたします。

実験の遂行と論文作成に当たり、八高研究室に在籍した学生各氏にご協力を頂きました。特に本論文で重要な位置を占める実験に際してご協力いただいた望月邦洋氏、釜崎謙吾氏に心から謝意を表します。

最後に、長い学生生活を暖かく、且つ辛抱強く見守っていただいた両親、祖母に対して深い謝意の意を表して謝辞と致します。

本論文を構成する論文

発表論文

- [1] 八高隆雄, 佐々木朋裕, 小林重昭 : Fe-Al 系金属間化合物の 2 元アブレシブ摩耗, 鉄と鋼, Vol.89, No.11, (2003) 1179-1182.
- [2] 佐々木朋裕, 八高隆雄 : アルミニウム箔を用いた軟鋼のアルミナイズ処理, 鉄と鋼, Vol.89, No.12, (2003) 1227-1232.
- [3] T.Sasaki, T.Yakou, K.Mochiduki and K.Ichinose : Effects of Carbon Contents in Steels on Alloy Layer Growth during Hot-Dip Aluminum Coating, ISIJ Int., Vol.45, No.12, (2005) 1887-1892.
- [4] T.Sasaki, T.Yakou, M.Umemoto, Y.Todaka : Two-Body Abrasive Wear of Cementite, Wear, 印刷中
- [5] T.Sasaki and T. Yakou : Tool wear and surface roughness during machinability of high-temperature aluminaized steell, J. Mater. Proc. Technol. 投稿中
- [6] Tomohiro SASAKI and Takao YAKOU : Feature of Intermetallic Compound on Aluminized Steels, Surface and Coating Technology 投稿中

国際会議

- [1] T.Sasaki, T. Yakou : Machinability of Intermetallic Compound  $Fe_3Al$ , Proceedings of The Third International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (LEM21) ,Nagoya, Vol.3 (2005), 1075-1079.

口頭発表

- [1] 佐々木朋裕, 八高隆雄 : 金属間化合物  $Fe_3Al$  の被削性, 日本機械学会 年次大会 電気通信大学, 2005 年, 9 月
- [2] 佐々木朋裕, 八高隆雄, 小林重昭, 一瀬謙輔 : 高温アルミナイズ処理した低炭素鋼の機械的特性に及ぼす膜厚の効果, 日本機械学会 2005 年 関東支部ブロック合同講演会 足利工業大学, 2005 年, 9 月

- [3] 佐々木朋裕, 八高隆雄: 金属間化合物  $\text{Fe}_3\text{Al}$  の被削性 日本機械学会 日本機械学会, 関東支部 茨城講演会 茨城大学, 2004 年, 11 月
- [4] 佐々木朋裕, 八高隆雄, 金属間化合物  $\text{FeAl}$  の被削性と Al 含有量の関係 日本機械学会 第 5 回生産加工・工作機械部門講演会, 大阪大学 吹田キャンパス, 2004 年, 10 月
- [5] 佐々木朋裕, 八高隆雄: アルミナイズ処理鋼の被削性評価, 日本機械学会 2004 年度年次大会, 北海道大学, 2004 年, 9 月
- [6] 佐々木朋裕, 大谷 忠, 横内正洋, 八高隆雄:  $\text{Fe-Al}$  系金属間化合物の被削性と靱性の関係 日本機械学会 2004 年度 年次大会, 北海道大学 2004 年, 9 月
- [8] 佐々木朋裕, 戸高義一, 八高隆雄, 梅本実: 鋼の 2 元アブレシブ摩耗におけるセメントタイトの役割, 日本鉄鋼協会 第 147 回春期大会 討論会 東京工業大学 大岡山キャンパス, 2004 年, 3 月
- [9] 佐々木朋裕, 八高隆雄: アルミニウム箔を用いた炭素鋼のアルミナイズ処理 第 9 期機械学会関東支部大会 関東学院大学 金沢八景キャンパス, 2003 年, 3 月
- [10] 佐々木朋裕, 小林重昭, 八高隆雄:  $\text{Fe-Al}$  系金属間化合物のアブレシブ摩耗時における延性-脆性遷移挙動, 日本機械学会, 第 3 回生産加工・工作機械部門講演会, 2001 年, 3 月