



アルミニウム箔を利用した軟鋼のアルミナイズ処理

佐々木 朋裕*・八高 隆雄*²

Aluminizing Treatment of Mild Steel Using Aluminum Foil

Tomohiro SASAKI and Takao YAKOU

Synopsis : To obtain the ductile and corrosive coating treatment for steel, the aluminizing treatments using aluminum foil on mild steel surface were performed at diffusion temperature from 700 to 1000°C. The foil aluminized steels had less voids in diffusion layers, than the hot-dip aluminized steels. The foil aluminized steels at diffusion temperature not higher than 800°C had a thinner brittle layer of aluminum rich intermetallic Fe_2Al_5 , and that at diffusion temperature not lower than 900°C had thicker layers of iron rich intermetallics such as $FeAl$ and Fe_3Al . It was found that the three body abrasive wear rates of aluminized steels with $FeAl$ and Fe_2Al that diffused at not lower than 900°C against free SiC grains were smaller wear rate than those of the steels diffused at higher than 800°C.

Key words : aluminum foil; aluminizing; mild steel; diffusion treatment; intermetallic compound; abrasive wear.

1. はじめに

鋼を熔融Al中に投入し、表面に熔融Alめっきを施すアルミナイズ処理は、外見が美しいことや耐食性に優れることから注目を集めている。しかし、めっき/鋼界面に Fe_2Al_5 、 $FeAl_3$ のようなHV1000以上の硬く脆い金属間化合物が形成され、亀裂や剥離などが生じやすい。さらに、熔融めっきのコストが高く、得られた被膜の厚さが不均質になりやすいためこれまで実用は制限されてきた。ところが、1995年にAlめっきされた鋼に対して950°Cの拡散処理を行うことにより Fe_3Al 、 $FeAl$ などのFeリッチな金属間化合物が形成されることがYajiangら¹⁾によって明らかにされた。 Fe_3Al や $FeAl$ は Fe_2Al_5 や $FeAl_3$ に比べて韌性が高く耐食性に優れることから²⁻⁴⁾、これらの化合物を鋼の表面に優先的に厚く形成させることによってアルミナイズ処理した鋼の韌性改善が期待される。

上述のようにAlリッチな Fe_2Al_5 や $FeAl_3$ は脆性的である。これに対して韌性の高い Fe_3Al や $FeAl$ はFeリッチな金属間化合物である。鋼表面にFeリッチな金属間化合物を形成させるには、高温で長時間の処理が必要とされる。従来の熔融Alめっきで得られるめっき層の厚さは100 μ mから300 μ m程度である^{4,5)}。この材料を拡散処理して、Feリッチな金属間化合物を生成させるにはAl量が多すぎる。そこで当初から鋼表面にAl量が少ない条件を設定しておけば、その後の拡散処理によってFeリッチな金属間化合物が形成されやすくなることが期待できる。本研究では、最初に薄く、均質なAl膜を与え、この状態から拡散処理により安定した被膜を得て材料の特性改善を図る目的で、

鋼にAl箔を拡散させるアルミナイズ処理を試みた。その結果、900°C以上の拡散処理によって、Feリッチな金属間化合物層が通常のアルミナイズ処理材よりも厚く得られることができたのでその結果を報告する。

2. 実験方法

実験には、アルミナイズ処理を施す基盤材として軟鋼SS400 (C: 0.1 mass%, Si: 0.119 mass%, Mn: 0.45 mass%, P: 0.028 mass%, S: 0.030 mass%)の平鋼を用いた。長さ10.0 mm、幅25.0 mm、厚さ3.0 mmの試験片を、1050°Cで1h真空焼鈍した。最終的に#1500 (平均砥粒径10 μ m)の研磨紙で研磨し、供試材とした。

本研究では、以下の2手法のアルミナイズ処理を採用した。ひとつは従来から行われている「熔融アルミナイズ処理」であり、もうひとつはAl箔を用いた「箔アルミナイズ処理」である。箔アルミナイズ処理では、基盤材の表面(10.0 mm×25.0 mmの面)にAl箔(厚さ20 μ mを5枚重ねて100 μ mにしたもの)を貼り付け、これをFig. 1に示すような治具を用いてSiC板と共に挟み、10 mPaの真空中で、純Alが熔融しない650°Cで1hの予備拡散加熱を行った。次に、拡散処理として拡散温度 $T_D=700^\circ\text{C}$ 、 800°C 、 900°C および 1000°C の温度でそれぞれ1h加熱した。熔融アルミナイズ処理では700°Cの熔融Al浴中に基盤材を浸し60s保持した後、拡散処理を行った。拡散処理の条件は、箔アルミナイズ処理と同一であった。

以上の2手法のアルミナイズ処理によって形成された金属間化合物層を同定するため、厚さを測りながら各層まで

平成15年5月7日受付 平成15年9月15日受理 (Received on May 7, 2003; Accepted on Sep. 15, 2003)

* 横浜国立大学大学院生 (Graduate Student, Yokohama National University, 79-5 Tokiwadai Hodogaya-ku Yokohama 240-8501)

*² 横浜国立大学工学研究院 (Graduate School of Engineering, Yokohama National University)

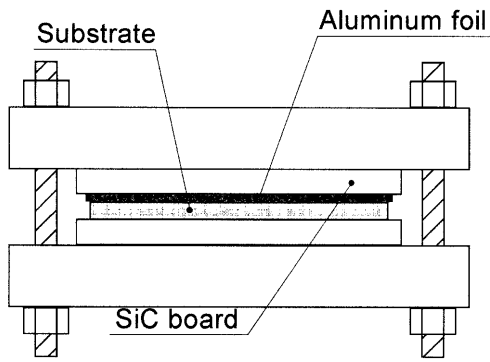


Fig. 1. Jig for the aluminumizing process using aluminum foil.

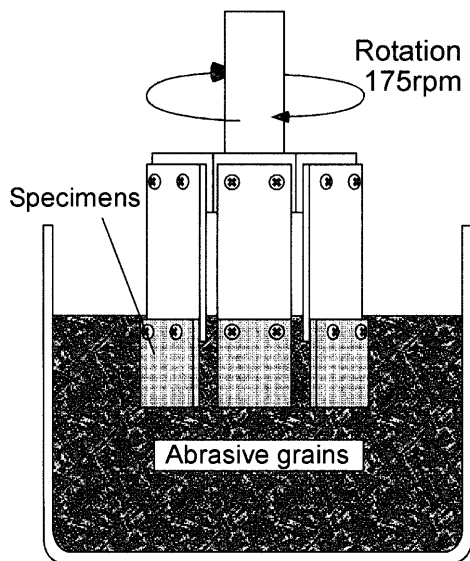


Fig. 2. Schematic illustration of three body abrasive wear test.

研磨により除去し、その表面をX線ディフラクトメータ(XRD)によって解析した。さらに、アルミナイズ処理した断面のより正確な情報を把握するため、断面を研磨し、表面から内部へのピッカース硬さ分布を求めた。測定条件は、それぞれ押付け力0.1 N、押付け時間15 sとした。

箔アルミナイズ処理材の耐摩耗性を調べるためにアプレシブ摩耗試験を行った。試験片は上述と同様の方法で作製した基盤材がSS400で、100 μmのAl箔(厚さ20 μmを5枚重ねたもの)を用いた箔アルミナイズ処理材である。その形状は、長さ30.0 mm、幅25.0 mm、厚さ3.0 mmであった。摩耗試験にはFig. 2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 μm)中を回転速度175 rpm(速度、0.63 m/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基盤材(SS400)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 時間後の摩耗率 W_R を、

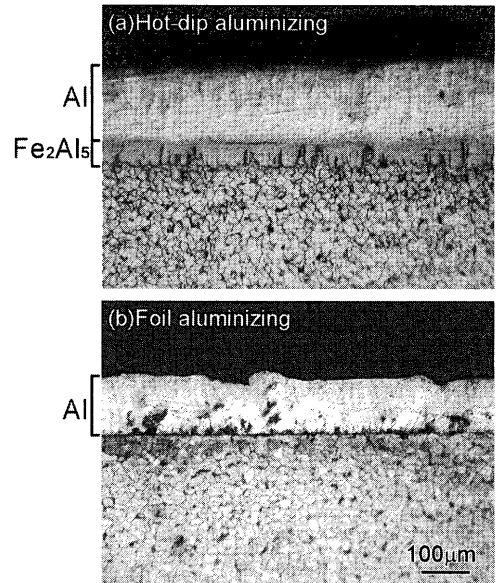


Fig. 3. Cross sectional micrographs of specimens before diffusion treatment.

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

として求めた。

3. 結果および考察

3.1 初期試験片の状態

溶融アルミナイズ処理材と箔アルミナイズ処理材の拡散処理前の断面写真をFig. 3に示す。Fig. 3(a)は700°Cで溶融Alめっき後の試験片、および(a)は650°Cで1 h予備拡散加熱後の試験片である。溶融アルミナイズ処理材では、表面から160 μmまではAl層であり、Alと鋼の界面には厚さ約40 μmのFe₂Al₅層が形成され、被膜全体の厚さは約200 μmである。これに対して、箔アルミナイズ処理材では、被膜はAl層のみであり、Fe₂Al₅層は確認できない。被膜の厚さは用いたAl箔の厚さと同じ100 μmである。

3.2 アルミナイズ処理によって形成される金属間化合物層

700°Cで溶融Alめっきした後、 $T_D=700^\circ\text{C}$ 、800°C、900°C、1000°Cで拡散処理した時の断面写真をFig. 4に、形成された各層の解析結果をFig. 5に示す。Fig. 4(a)の $T_D=700^\circ\text{C}$ では、表面から200 μmまでは多くのポイドを含む領域があり、さらに拡散層は表面から300 μmにも及んでいる。これは舌状を呈しており、Fe₂Al₅である可能性が高い^{5,6)}。ここではこれをA層としておく。 $T_D=700^\circ\text{C}$ の試料に対して、A層の表面から1/3を除去した面のX線回折結果をFig. 5(a)に示す。表面から2/3除去した後の面でも同様のパターンが得られた。A層はFe₂Al₅であることがわかる。

$T_D=800^\circ\text{C}$ のFig. 4(b)の場合にも、(a)の場合と同様の舌状の層が存在している。この場合にも解析の結果A層の

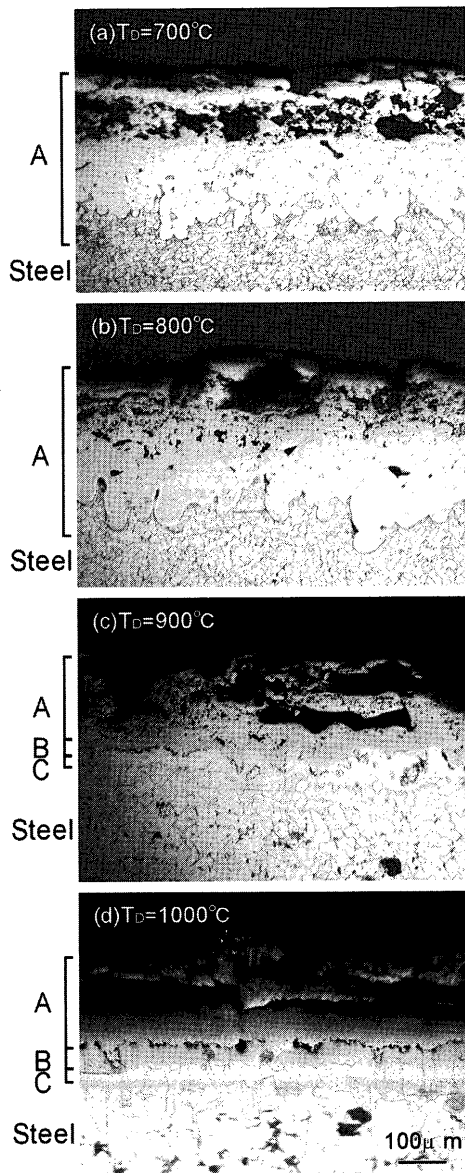


Fig. 4. Cross sectional micrographs of aluminized steels processed by hot-dip aluminizing. (a), (b), (c) and (d) are diffusion-treated at 700°C, 800°C, 900°C and 1000°C for 1 h, respectively.

Fe₂Al₅であることが確認された。一方 Fig. 4(c)および4(d)に示すように、T_Dが900°C、1000°Cと高くなると表面近傍のボイドの形成はさらに著しくなり、3つの層が認められた。それらの各層は Fig. 4(c)でも、Fig. 4(d)でも同じもので、A層、B層、C層であることが明らかにされる。その内A層はFe₂Al₅であることが確認できた。T_D=900°CのB層中央まで、あるいはC層中央まで除去した後求めた結果をそれぞれFig. 5(b)およびFig. 5(c)に示す。B層およびC層では、どちらの層もFe₃AlおよびFeAlのピークが現れているが、両者のピークが重なることから、B層およびC層がFeAlとFe₃Alのいずれであるかを特定できない。

一方、Table 1はFig. 4のA層、B層、C層のそれぞれの中央部の硬さを測定した結果である。A層はHV1100前後、B層はHV450前後、C層はHV300前後である。表中には先

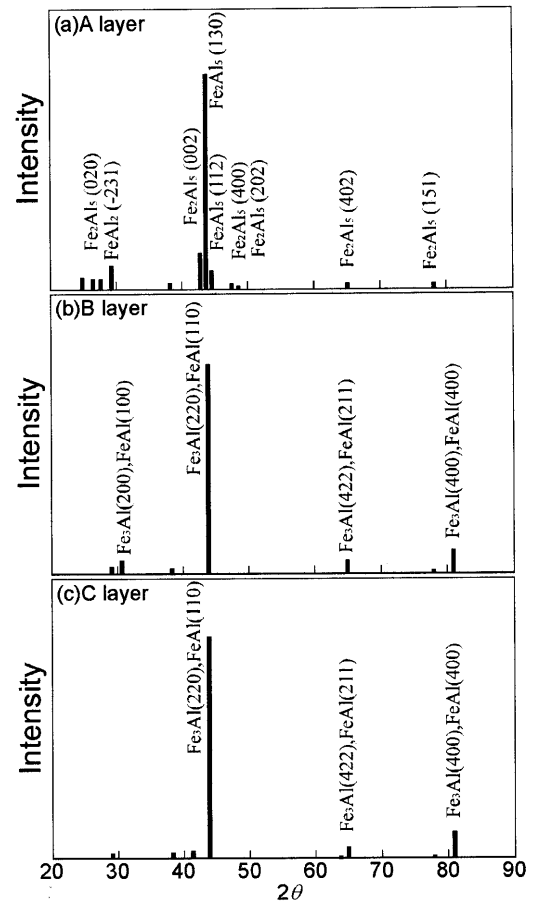


Fig. 5. XRD patterns taken from intermetallic compound layers formed by diffusion treatment. (a), (b) and (c) are A layer, B layer and C layer, respectively.

Table 1. Vickers hardness of formed layers.

Formed layer	Hardness of layer (HV)	Reference values of intermetallic (HV)
A layer	1082 ⁺¹¹⁷⁰ -980	Fe ₂ Al ₅ 880~1100 ^{1),6-7)}
B layer	483 ⁺⁶⁸³ -300	FeAl 300~640 ^{1),6-8)}
C layer	295 ⁺³²⁰ -274	Fe ₃ Al 285~350 ^{1),6),9-10)}

行研究結果⁶⁻¹¹⁾からのデータも記してある。両者の比較から、B層はFeAl、C層はFe₃Alであることが推定される。

Fig. 6は箔アルミナイズ処理材の断面写真である。この場合にもA層、B層およびC層が形成され、各層をXRDで解析、および硬さ測定したところ、A層はFe₂Al₅、B層はFeAlおよびC層はFe₃Alであることが分かった。

以上の結果から、熔融アルミナイズ処理および箔アルミナイズ処理のいずれにおいても、800°Cまでの本拡散によって形成される金属間化合物層はFe₂Al₅層であり、900°C以上では、Fe₂Al₅、FeAl、Fe₃Alの各層であることが明らかとなった。

3.3 箔アルミナイズ処理によって形成された金属間化合物層の特徴

Fig. 4をFig. 6と比べると、以下の2つの特徴が認められる。(1)いずれの場合にも、箔アルミナイズ処理の方がボ

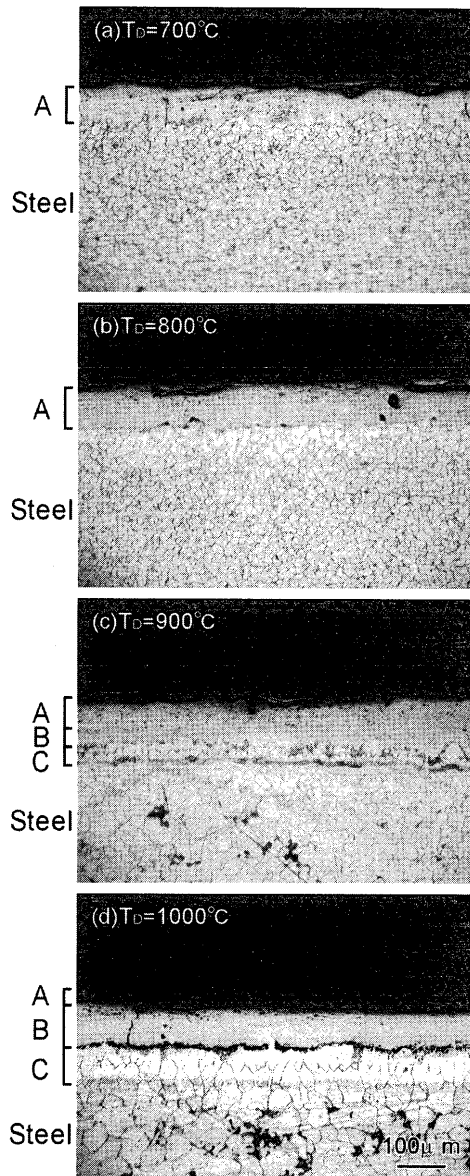


Fig. 6. Cross section micrographs of aluminized steels processed by foil-aluminizing. (a), (b), (c) and (d) are diffusion treated at 700°C, 800°C, 900°C and 1000°C for 1 h, respectively.

イドを含む領域が少なく、 Fe_2Al_5 の層も薄く、表面が滑らかである。(2) T_D 900°C以上で現れる $FeAl$ や Fe_3Al 層が箔アルミナイズ処理の方が厚くなっている。断面で測定した各金属間化合物層の厚さと T_D との関係をFig. 7に示す。Fig. 7(a)の Fe_2Al_5 層の結果から、溶融アルミナイズ処理では、 T_D が800°C以下では400 μm 程度の Fe_2Al_5 層が存在し、舌状あるため厚さのばらつきも大きいことがわかる。また、 $T_D=900^\circ C$ 以上の場合においても溶融アルミナイズ処理の場合には200 μm 以上の Fe_2Al_5 層が存在している。これに対して箔アルミナイズ処理に形成された Fe_2Al_5 層は、溶融アルミナイズ処理に比べて、厚さのばらつきが小さく、 $T_D=900^\circ C$ 以上で厚さは減少し、 $T_D=1000^\circ C$ では50 μm 以下に減少している。一方、Fig. 7(b)および(c)における $FeAl$ 、 Fe_3Al 層の厚さは、どちらの層も箔アルミナイズ処理の方

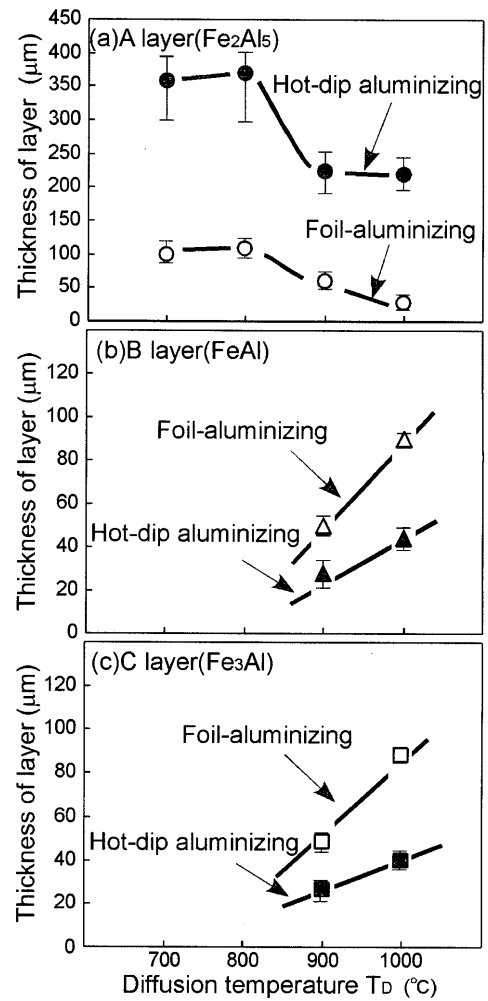


Fig. 7. Thickness of intermetallic compound layers formed by aluminizing. (a), (b) and (c) are Fe_2Al_5 , $FeAl$ and Fe_3Al , respectively.

が厚く、その厚さは溶融アルミナイズ処理の場合の2倍程度になっている。

溶融アルミナイズ処理材および箔アルミナイズ処理材の断面硬さ分布をそれぞれFig. 8, Fig. 9に示す。ここで Fe_2Al_5 層では圧痕近傍にクラックの発生が認められる場合があった。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。圧痕近傍に脆性的なクラックが生じた場合には、圧痕が大きくなり、硬さは見かけ上低くなる。そのことから判断すると、クラックの発生を伴わない場合の硬さの値がその材料本来の硬さを示すものと思われる。また、図中には先行研究⁵⁻¹⁰より引用した各層の硬さを、ハッチング帯として示した。

Fig. 8およびFig. 9の結果から、全体として、アルミナイズ処理材断面の光学顕微鏡写真で示される各金属間化合物層の存在と硬さ分布とはよく一致しており、表面から内部へと、Alリッチな金属間化合物層からFeリッチな金属間化合物に変化するに伴って硬さも段階的に低くなっている。最も表面近くに形成された Fe_2Al_5 は硬いもののクラックを伴う場合が多い。箔アルミナイズ処理材ではこのよう

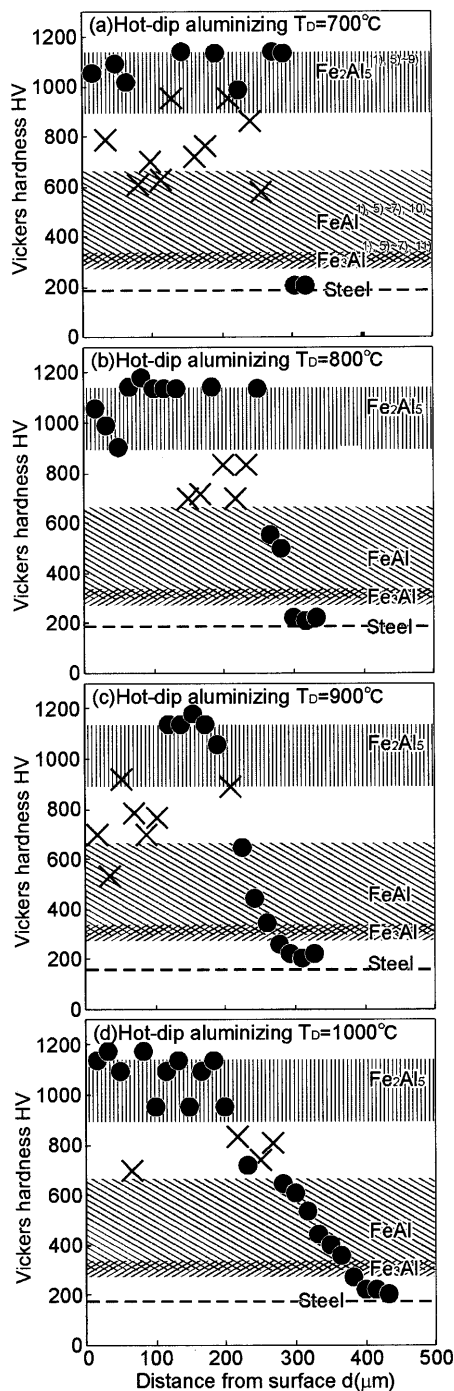


Fig. 8. Hardness from surface to substrate aluminized steels processed by hot-dip aluminizing. (a), (b), (c) and (d) are $T_D=700^\circ\text{C}$, $T_D=800^\circ\text{C}$, $T_D=900^\circ\text{C}$ and $T_D=1000^\circ\text{C}$, respectively.

な脆性層が少なく、逆にHV300~700程度の層が厚く形成されていることがわかる。

3.4 アルミナイズ処理材の耐摩耗性

Fig.10に箔アルミナイズ処理材の摩耗率 W_R と摩耗距離 d の関係を示す。基盤材の試験終了時の摩耗率は0.30%程度であるのに対して、アルミナイズ処理材の摩耗率は4分の1程度で非常に低くなっている。ところが、アルミナイズ処理材では、 T_D が高くなるのに従って W_R が減少している。

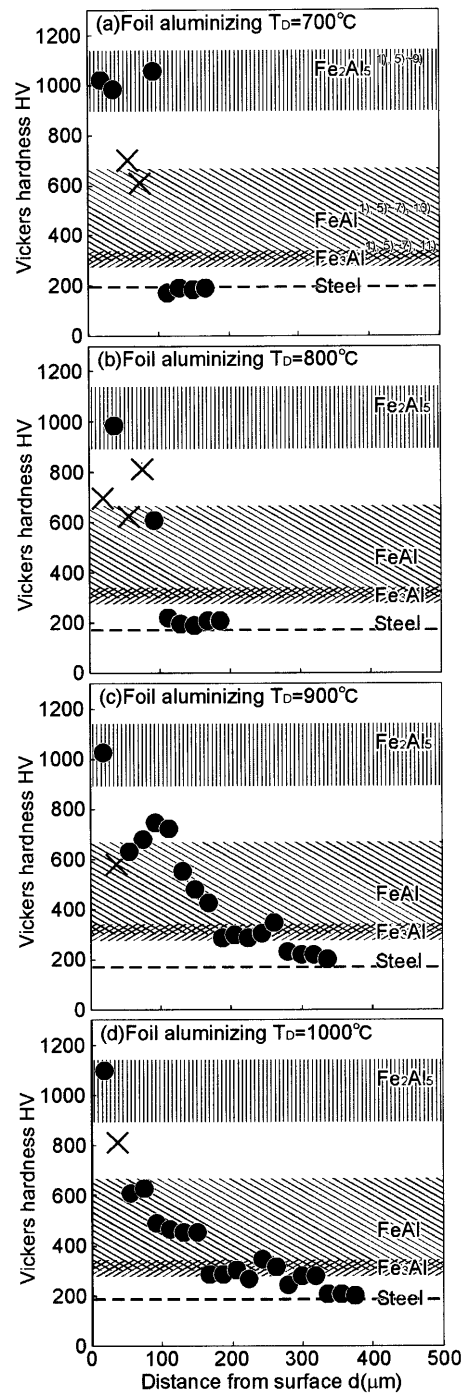


Fig. 9. Hardness from surface to substrate aluminized steels processed by foil aluminizing. (a), (b), (c) and (d) are $T_D=700^\circ\text{C}$, $T_D=800^\circ\text{C}$, $T_D=900^\circ\text{C}$ and $T_D=1000^\circ\text{C}$, respectively.

すなわち、 T_D が高く、Feリッチな被膜がより厚い材料ほど耐摩耗性が優れることを示している。

Fig.11は摩耗試験後のアルミナイズ処理材の先端部の断面写真である。試験片のコーナー部が優先的に摩耗していることがわかる。さらに、 Fe_2Al_5 のみが形成されていた T_D が 800°C 以下に比べて、 Fe_3Al 、 FeAl が形成されていた $T_D=1000^\circ\text{C}$ では、摩耗は基盤材に達していない。通常純金属のアブレイブ摩耗は被摩耗材料が硬いほど摩耗しにく

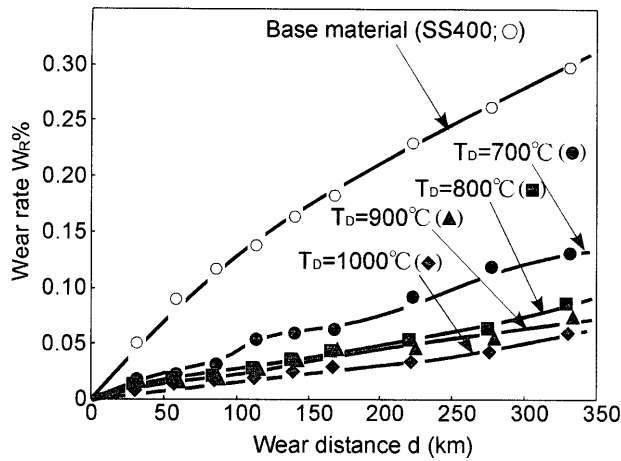


Fig. 10. The relationship between wear rate W_R and wear distance d .

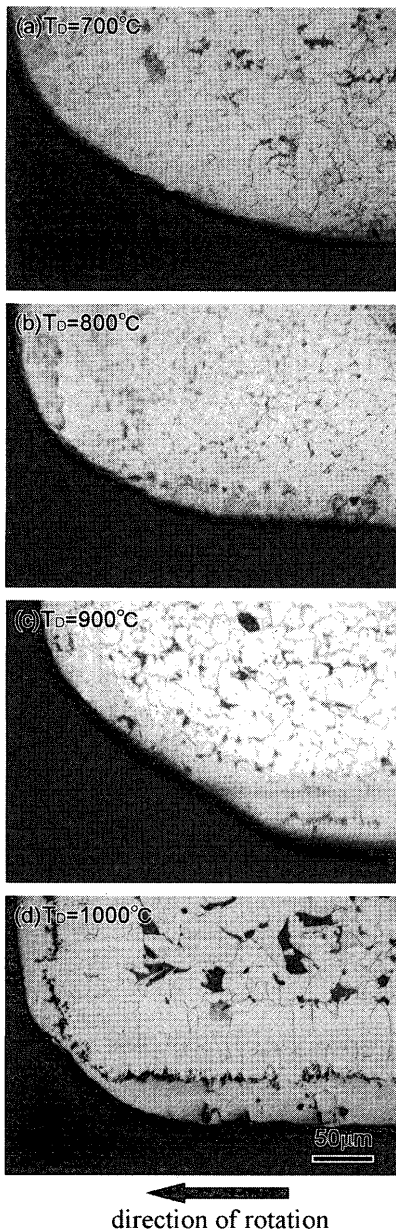


Fig. 11. Cross sectional micrographs of wear test specimens. (a), (b), (c) and (d) are $T_D=700^\circ\text{C}$, $T_D=800^\circ\text{C}$, $T_D=900^\circ\text{C}$ and $T_D=1000^\circ\text{C}$, respectively.

いことが知られている^{11,12}。ところがこれらの結果は硬い Fe_2Al_5 よりも Fe_3Al , FeAl などの比較的軟らかい金属間化合物の方が摩耗しにくいことを示している。これは、 Fe_2Al_5 層が SiC 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。これらの結果から、摩耗試験時に試験片の前方から砥粒が衝突するために試験片先端部が優先的に摩耗し、 T_D が高く、 Fe_3Al , FeAl 層が厚い材料ほどが減少することがわかった。

実験は箔アルミニウム処理材に対して行ったものであるが、溶融アルミニウム処理材より FeAl や Fe_3Al がより厚く形成されやすい箔アルミニウム処理材の方が耐摩耗性が高いことが予測できる。

4. まとめ

軟鋼に対して Al 箔から Al を拡散させることにより、種々の金属間化合物層を形成させた箔アルミニウム処理材を作製し、得られた形成層に対して通常の溶融アルミニウム処理材と比較すると共に、この手法で得られた材料の耐摩耗性を調べ、以下の結果を得た。

(1) 箔アルミニウム処理材は溶融アルミニウム処理材よりも、ポイドを含む層が少なく、一定な厚さの被膜が得られる。

(2) 箔アルミニウム処理材では、脆性的な Fe_2Al_5 層が薄く、 900°C 以上の拡散処理では FeAl および Fe_3Al のフェリッチな金属間化合物層が、溶融アルミニウム処理材の約2倍厚く形成される。

(3) アルミニウム処理材の摩耗率は、高温で拡散処理した Fe_3Al , FeAl 層が厚い材料ほど小さい。

実験遂行にあたり御協力頂いた横浜国立大学工学研究院小林重昭博士、伊藤 勉博士に感謝する。

文 献

- 1) Y.Li, Y.Zhang and Y.Liou: *J. Mater. Sci.*, **30** (1995), 2635.
- 2) C.-H.Xu, W.Gao and Y.-D.He: *Scr. Mater.*, **42** (2000), 975.
- 3) I.Kim and W.D.Cho: *Mater. Sci. Eng.*, **A264** (1999), 269.
- 4) D.Das, R.Balasubramaniam and M.N.Mungole: *Mater. Sci. Eng.*, **A338** (2002), 24.
- 5) V.N.Yeremenko, Ya.V.Natanzon and V.I.Dybkov: *J. Mater. Sci.*, **16** (1981), 1748.
- 6) S.Kobayashi and T.Yakou: *Mater. Sci. Eng.*, **A338** (2002), 44.
- 7) Y.Li, J.Wang, Y.Yin and H.Wu: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 851.
- 8) J.Bystrzycki, J.Paszula and R.A.Varin: *Mater. Sci. Eng.*, **A239-240** (1997), 546.
- 9) J.R.Knibloe, R.N.Wright, C.L.Trybus and V.K.Sikka: *J. Mater. Sci.*, **38** (1993), 2040.
- 10) Y.-S.Kim and Y.-H.Kim: *Mater. Sci. Eng.*, **A258** (1998), 319.
- 11) M.M.Khrushov: *Wear*, **28** (1974), 69.
- 12) A.Misra and I.Finnie: *Wear*, **68** (1981), 41.