

論文

レーザ溶射法による Fe_2W の形成

一色洋二*

Synthesis of Fe_2W by low-pressure laser spraying

Yoji ISSHIKI

Abstract Fe_2W is the Laves type intermetallic compound with hexagonal crystal structure and is known to be a kind of hard alloy. The low-pressure laser spraying (LPLS) method was applied to synthesize Fe_2W clad layers on a mild steel substrate. Structure and atomic composition of surface clad layers were analyzed by X-ray diffraction and energy dispersive X-ray spectroscopy respectively. When the substrate was exposed to a laser energy density of 36 W/mm^2 , the tungsten concentration of clad layers was estimated at 20 mass %, maximum, with a microhardness of 240 HV. The microhardness increased remarkably with heat treatment at 973K in a vacuum, suggesting that the Fe_2W phase was formed with heat treatment.

Keywords Laser surface modification, Hard coating, Fe_2W

1. 緒言

Fe_2W はラーベス型金属間化合物の硬質物質として知られており、溶融した鉄とタングステンを急冷凝固させた後、真空中温度 1313 K 以下で数時間熱処理して得られる¹⁻³⁾。最近この方法とは異なり、渡辺らが湿式めっき法により鉄上アモルファスタングステン皮膜を作成した。めっき直後の硬さは 600~900HV であったが、これを真空中熱処理することにより、硬さ 1700~2000HV の皮膜を得た^{4,5)}。この硬さ増大は熱処理によりアモルファス相から Fe_2W へ結晶化したためと報告されており、X線回折により確認されている。しかしこの場合はめっき効率が悪く、厚さ 5 μm 程度の皮膜しか得られていない。

ごく最近、レーザ溶射法により得られたタングステン皮膜が硬さ 1200HV を示したと報告がある⁶⁾。

本研究では、軟鋼上にタングステンをレーザ溶射により皮膜を作成し、真空中熱処理した結果について報告する。

2. 実験方法

レーザ溶射法については以前報告したとおりである^{7,8)}。溶射前、チャンバーを 10Pa に排気した。溶射中、シールドガス 3 l/min、パウダーガス 0.3l/min (ともにアルゴン) を用いた。溶射中のガス圧は $1.4 \times 10^3 \text{ Pa}$ であ

った。用いたタングステン粉の粒径は 0.58 μm である。溶射中のレーザ焦点位置は基板上 10~15mm とした。粉末供給速度は 0.25g/min ないし 0.35g/min、基板 (軟鋼) 移動速度は 55mm/s とした。熱源の炭酸ガスレーザパワー 2.2kW および 2.3kW を用いた。

溶射終了後、試料の組成、構造はそれぞれ EDX、X線回折により調べた。 Fe_2W 形成のため試料の真空中熱処理を温度 873K および 973K にて 18ks~25.2ks 行った。熱処理後、再度、X線回折、硬さ測定を行い、変化を調べた。

3. 結果および考察

3.1 熱処理条件

溶射条件を Table1 に示す。供給されたタングステン粉末はレーザの焦点近傍で溶解する。同時にレーザは基板に入射し基板を加熱する。基板の鉄は入射エネルギー密度に応じて異なる深さに溶解し、タングステンと合金化する。Table1 の試料 A では、入射エネルギー密度が低いため、溶射層は比較的薄い。溶射層の厚さはほぼ入射エネルギー密度に比例した。

Fig.1、Fig.2、Fig.3 に各試料の深さ方向の硬さおよび組成変化、ならびに真空中熱処理後の硬さ変化を示す。

*表面技術グループ

Table 1 Spraying conditions of each sample.

Sample	Focal point from the substrate (mm)	Sample traveling velocity (mms ⁻¹)	Powder feeding rate (gmin ⁻¹)	Power (W)	Energy Density (Wmm ⁻²)
A	13	55	0.25	2200	27.8
B	10	55	0.35	2300	37.7
C	10	55	0.25	2200	36.1

硬さ増大につながる熱処理条件を求めため最初試料Aについて873K、18ks、さらに973K、18ks真空中熱処理を実施した。ガラス管中に真空封入した試料を一定温度に保った炉の中に入れ、18ks経過後取り出し、放冷した。そして熱処理前後の硬さならびに組成変化を調べた。Fig.1に示すように硬さは高い方の温度973Kにおいて増大した。

次に試料Bを973Kにて18ks、および25.2ks同様の方法で真空中熱処理を実施した。Fig.2に示すように25.2ks熱処理の場合、焼鈍によると思われる硬さのわずかな低下が見られた。また合金化法による試料の場合、1273Kの熱処理では硬さが低下した⁹⁾ことから、973K、18ksが硬さ増大につながる適切な熱処理条件と考えられる。

なお、熱処理によるタングステン濃度変化は全く生じなかった。

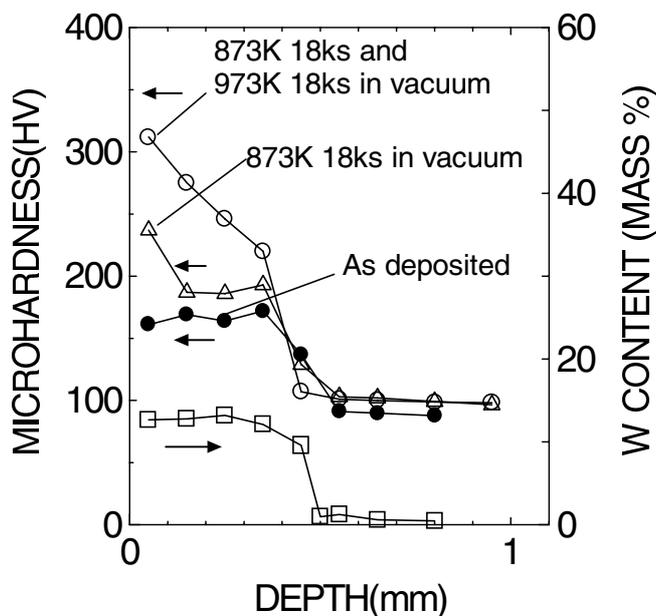


Fig.1 Microhardness profiles and tungsten concentration profiles to depth of sample A before and after heat treatment.

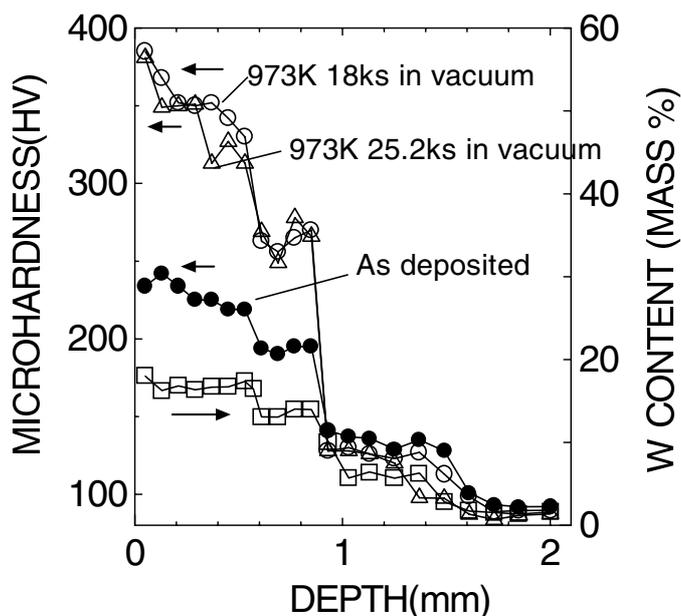


Fig.2 Microhardness profiles and tungsten concentration profiles to depth of sample B before and after heat treatment.

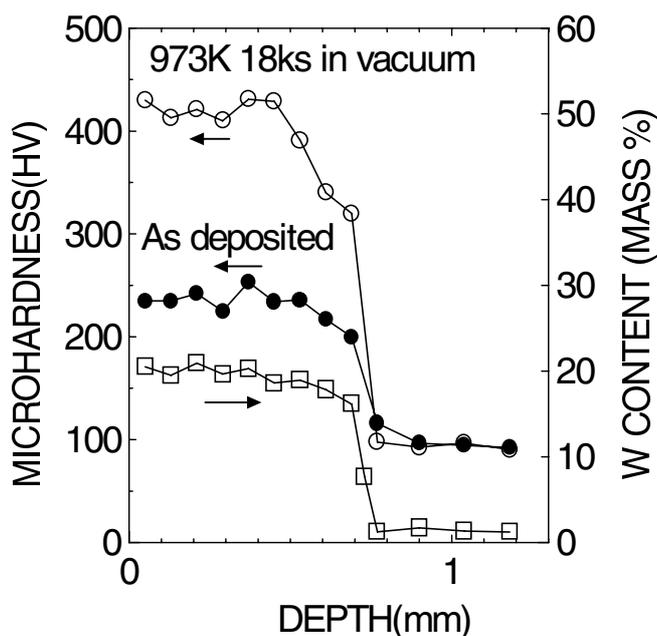


Fig.3 Microhardness profiles and tungsten concentration profiles to depth of sample C before and after heat treatment.

3. 2 熱処理による硬さならびに構造変化

Fig.3 に示すように作成直後、試料Cのタングステン濃度は 20mas s %、硬さは 240HV であった。硬さは 973K18ks 熱処理の後、420~440HV に増大した。Fig.4 に熱処理前後の X 線回折パターンの変化を示す。

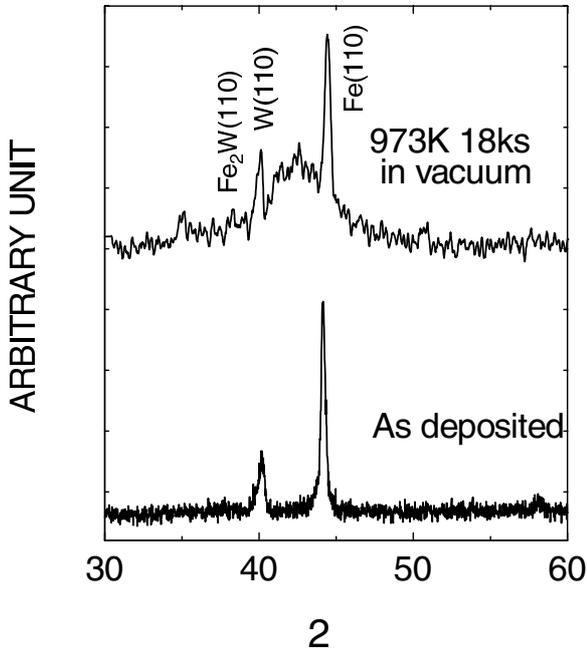


Fig.4 XRD patterns of the surface of sample C before and after heat treatment.

作成直後の試料は 鉄およびタングステンから成るが、ピーク位置が純粋の 鉄およびタングステンの位置からわずかにシフトしており、鉄 - タングステンの混合相がかなりの量形成されていると思われる。973K18ks 熱処理後、鉄、タングステン、混合相とともに Fe₂W の小さなピークが出現する。それとともに硬さも 240HV から 440HV に 200HV 増大した。試料A、試料B、試料Cのタングステン濃度はそれぞれ 12 mass%、16 mass%、21 mass%であり、熱処理後の硬さはそれぞれ 210 310HV、260 310HV、320 440HV に変化した。

Sykes と Horn によれば²⁾作成直後、固溶体試料中のタングステン濃度が高い方が硬さも高いと報告されている。また Smith¹⁰⁾ は最大硬さに対応する時点での Fe₂W のピークを X 線回折で確認することは困難と述べている。

レーザ表面合金化法でおこなった実験¹⁰⁾において最大硬さは 873K、18ks プラス 973K、18ks 熱処理後の試料において得られた。そのとき Fe₂W のピークはわずかに確認されたに過ぎなかった。さらに高温 1273K で熱処理を続行すると Fe₂W のピークが明瞭に確認されたにもかかわらず、硬さは低下した。合金化法によ

る試料ではタングステンは粒子状に鉄マトリクス内に存在するはずであり熱処理により Fe₂W がその粒界に発生すると考えられる。

一方めっき皮膜では形成直後はアモルファスとされている⁴⁾。熱処理によりタングステンは原子単位では鉄中に拡散し Fe₂W に結晶化と思われる。こうした結晶化のメカニズムは合金化試料と全く異なると考えられる。

3. 3 面内方向のタングステン濃度の平滑度

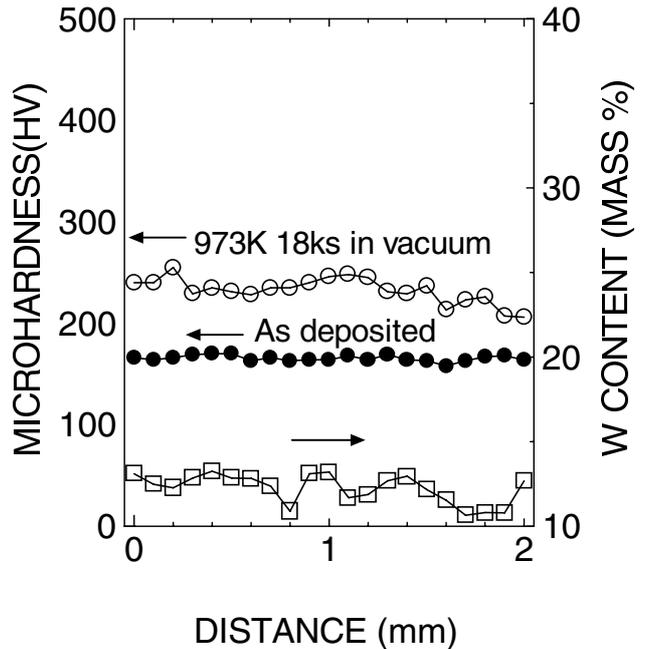


Fig.5 Microhardness profiles and tungsten concentration profiles parallel to the surface of sample A before and after heat treatment.

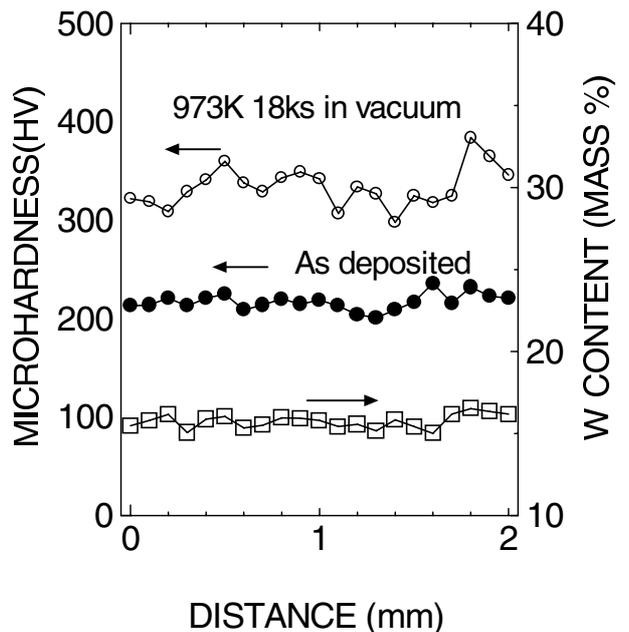


Fig.6 Microhardness profiles and tungsten concentration profiles parallel to the surface of sample B before and after heat treatment.

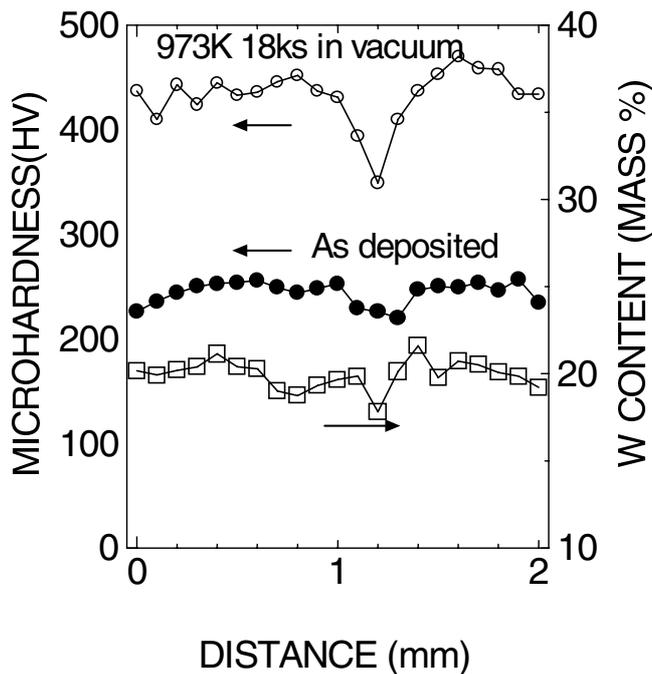


Fig.7 Microhardness profiles and tungsten concentration profiles parallel to the surface of sample C before and after heat treatment.

Fig.5、Fig.6、Fig.7 に試料A、試料B、試料C表面に平行かつレーザビーム走査方向には垂直な面内方向のタングステン濃度および硬さ分布を示す。タングステン濃度分布は合金化試料の場合、30~60mas s %の範囲で変動していた⁹⁾のに比較してかなり滑らかである。合金化試料の場合、きわめて短時間(最大でも1~2秒)で合金化が終了する。溶射試料は作成に2.4ksを要し、この間、タングstenは溶融した鉄基板と十分に攪拌混合するため比較的均一な組成が得られたと考えられる。

タングstenは融点が高いため、今回の溶射実験では粉末供給速度を0.25~0.35g/minときわめて少量に限らざるを得なかった。そのため、得られた膜のタングsten濃度も20mas s %程度に留まり、熱処理後の硬さも最大440HV程度であった。しかし5KWの炭酸ガスレーザを用いたタングsten溶射では硬さ1200HV以上の皮膜が得られたという報告⁶⁾がある。この場合はパワーが高いためタングstenが十分溶融し、高い濃度のタングsten皮膜が形成されたためと思われる。従ってパワーの高いレーザを用いれば硬質皮膜作成は十分可能と考えられる。

参考文献

1) E.P.Chartkoff, W.P.Sykes: Trans.AIME, 89、566 (1930)

2) W.P.Sykes, K.R.Horn: Trans.AIME,105、198 (1933)
 3) W.P.Sykes, Trans.AIME, 73、968 (1926)
 4) T.Watanabe, T.Tanabe: Proc.5th Int.Conf. on Rapidly Quenched Metals, 127 (1985)
 5) 渡辺徹: 私信
 6) 志村洋文: 私信
 7) Y.Isshiki, S.Fujiki, S.Itoh, M.Kohga, M.Hashimoto: Thin Solid Films, 288,45 (1996)
 8) 一色洋二: 東京都立産業技術研究所研究報告, 1,14(1998)
 9) Y.Isshiki, K.Mizumoto, M.Hashimoto: Thin Solid Films, 317、468 (1998)
 10) C.H.Smith: J.Appl.Phys.,12, 81 (1941)

(原稿受付平成14年8月1日)