

**X線ラミノグラフィーを用いた
Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき組織の非破壊構造解析
Characterization of Oxide Film on Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si Coating
using X-ray Laminography**

吉住 歩樹, 小林 龍
Ayuki Yoshizumi, Kamui Kobayashi

日本製鉄(株),
Nippon Steel Corp.

Zn-Al-Mg 系めっき鋼板におけるめっき組織の 3 次元分布が耐食性に及ぼす影響を調査するため、Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき鋼板のめっき層に対して、X線ラミノグラフィー法を用いて腐食前後の Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき組織の非破壊分析を行い、同一視野におけるめっき組織の構造変化の可視化を試みた。その結果、同一視野におけるめっき組織の腐食による構造変化が非破壊で観察された。

キーワード： Zn-Al-Mg 系めっき鋼板、X線ラミノグラフィー

背景と研究目的：

鋼材に耐食性を付与した熔融 Zn 系合金めっき鋼板は、自動車、家電、建材などに使用されている。自動車用途の場合、CO₂ 排出量を削減して地球温暖化を防止する取り組みとして、軽量化による燃費向上が望まれており、対 2014 年比で 2040 年には 24%、2050 年には 30%の軽量化が必要とされ、同時に高耐食性、高強度化や長寿命化、さらなる低コスト化なども求められている。そこで、合金組成や熱処理条件などで制御される鋼材の高強度化や加工性を改善してきたが、母材合金めっき組織の 3 次元構造制御による鋼材の高耐食化も検討されている。

本研究の目的は、母材合金めっきの元素組成によるめっき組織の 3 次元構造の違いが、腐食環境下における腐食反応機構や耐食性発現機構に及ぼす影響を調査することであり、さらなる高耐食性を実現する次世代材料の設計指針ならびに製造プロセスを構築するための知見を得ることである。著者らは、これまでに複合サイクル腐食試験 30 サイクル後の Zn-5%Al めっき鋼板について、X線ラミノグラフィー法によってめっき鋼板上に生成された腐食生成物の非破壊分析を実施してきた。入射 X 線のエネルギーや試料厚さを調整することにより、腐食生成物/めっき鋼板界面の再構成画像を鮮明に取得する条件を検討してきた[1-2]。一方、めっき組織の 3 次元分布が耐食性に及ぼす影響を明らかにするには、同一試料の同一視野におけるめっき組織の腐食に伴う構造変化を行うことが重要である。

そこで、本課題においては、X線ラミノグラフィー法を用いて腐食前後の Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき組織の非破壊分析を行い、同一視野におけるめっき組織の構造変化の可視化を試みた。

実験：

Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき鋼板を 10 mm 角に打ち抜き、片面を油性研磨して試料厚さを約 0.2 mm に調整した。その後、切断機を用いて約 10 mm×0.5 mm×0.2 mm の短冊状に加工したものを供試材とした。供試材を X線ラミノグラフィー法で非破壊分析後、10 wt%NaCl 水溶液に 1 週間浸漬して表面を腐食させた。そして、腐食後の試料を再び非破壊分析した。X線ラミノグラフィー測定は BL47XU で行った。X 線のエネルギーは 25 keV とした。測定に当たって、検出器のシャッターを閉じた状態で測定した暗電流由来のノイズを反映した画像（以下、暗電流画像）と、試料無しで直接光を撮影した画像（以下、ダイレクト画像）、試料の透過像の 3 種類の画像を取得した。暗電流画像は試料の測定前後で 1 枚ずつ、ダイレクト画像は 100 枚取得した。試料の透過像について、試料を 0° から 360° まで連続的に回転させながら約 3600 枚の X線透過像を取得し

た。透過像 1 枚当たりの露光時間は、180 ms とした。この構成における検出器の実効的な画素サイズは約 $0.5 \mu\text{m}$ であった。

結果および考察：

図 1 に腐食前後における Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき鋼板の再構成画像の例を示す。(a) は腐食前、(b) は腐食後の像である。再構成画像のコントラストは主に密度による線吸収係数の違いを表しており、密度が高い（線吸収係数が大きい）ほど明るいコントラストとなる。そのため、めっき組織（白～灰）、と腐食生成物（灰～黒）が判別できる。図 1 (b)より、橙の領域の組織が腐食されていることが分かる。また、腐食の進んでいる箇所は、図 1 (a)において、デンドライト構造の密集している領域である様子が確認できる。以上より、同一視野におけるめっき組織の腐食による構造変化を非破壊で分析可能であると判明した。

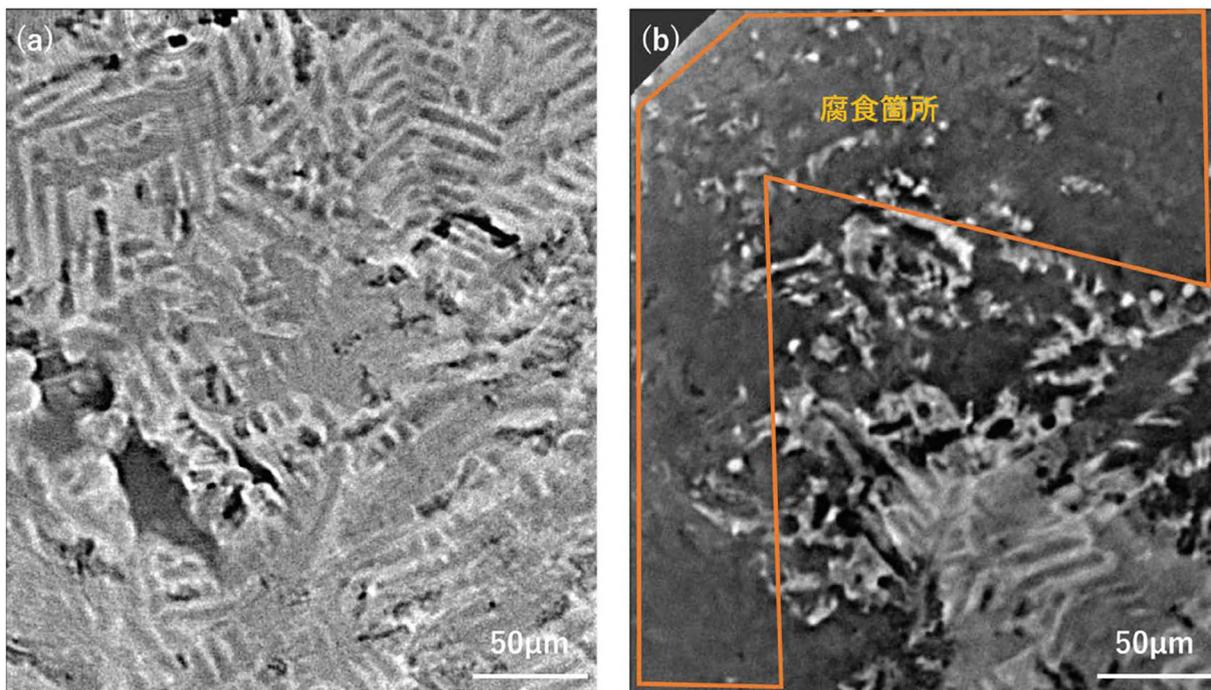


図 1 Zn - 11%Al - 3%Mg - 0.2%Si めっき鋼板の再構成画像 ((a):腐食前、(b):腐食後)

今後の課題：

今後は、生成した腐食生成物の解析を進めていき、3 次元的な分布の可視化を試みる。また、同一試料で噴霧器による腐食進行をさらに進め、腐食進行による内部構造の経時変化も測定する予定である。

参考文献：

- [1] 西原克浩、吉住歩樹、谷山明、梶原堅太郎
https://support.spring8.or.jp/report/Report_JSR/PDF_JSR_2021A/2021A1636.pdf
- [2] 西原克浩、吉住歩樹、谷山明、梶原堅太郎
https://support.spring8.or.jp/report/Report_JSR/PDF_JSR_2021B/2021B1891.pdf