

結像型 X 線顕微鏡法を用いた
Zn - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板の非破壊構造解析
Non-Destructive Structural Analysis of Zn - 6%Al - 3%Mg Plated Steel
Sheet using Full-Field X-ray Microscope

吉住 歩樹^a, 西原 克浩^{a, b}
Ayuki Yoshizumi^a, Katsuhiko Nishihara^{a, b}

^a 日本製鉄(株), ^b 日鉄テクノロジー(株)
^a Nippon Steel Co., Ltd. ^b Nippon Steel Technology Co., Ltd.

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 - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板のめっき層に対して結像型 X 線顕微鏡法を用いてめっき組織の構造を数百 nm の空間分解能で 3 次元的に評価した。その結果、Zn - 6%Al - 3%Mg めっきを構成する、粒状に存在する初晶 Al¹相と、縞状の Zn/Al¹/MgZn₂ の三元共晶組織が非破壊で観察された。

キーワード： Zn-Al-Mg 系めっき鋼板、結像型 X 線顕微鏡法、X 線 CT 法

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、腐食生成物の組成は下地のめっき組織の組成の影響を受けると考えられるため、めっき組織の 3 次元構造を鮮明に非破壊分析可能な測定条件の検討も必要となる。そこで、本課題においては、腐食前のめっき鋼板に対して、位相コントラスト結像型 X 線顕微鏡法を用いて、高空間分解能 (100 nm 程度) かつ高コントラストの非破壊分析を行い、めっき組織の 3 次元構造が可視化可能か調査した。

実験：

Zn - 6%Al - 3%Mg 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。位相コントラスト結像型 X 線顕微鏡法による、高分解能 X 線 CT は BL20XU で行った。X 線のエネルギーは 30 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 180° まで連続的に回転させながら約 1800 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、500 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 32 nm であり、視野は約 Φ60 μm であった。

結果および考察：

図1に Zn - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板の CT 再構成画像の例を示す。Zn - 6%Al - 3%Mg めっきは主に、粒状に存在する「初晶 Al^{II}相」とそれ以外の大部分を占める縞状の「Zn/Al^{II}/MgZn₂ の三元共晶組織」から構成される[3]。三元共晶組織中に存在する Al は、図中からは確認することができなかったが、Zn 相（白いコントラストに対応）と MgZn₂ 相（グレーのコントラストに対応）は非破壊で可視化することができた。図2には、Zn - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板のめっき層断面における走査型電子顕微鏡（SEM）の二次電子像を示す[4]。図1、2より、CT 再構成画像は SEM 像に近いコントラストや空間分解能で取得できていることが分かる。これまでは、2次元の断面像による評価が主であったが、本手法により、めっき組織中の各相の3次元構造を非破壊で観察可能であると判明した。

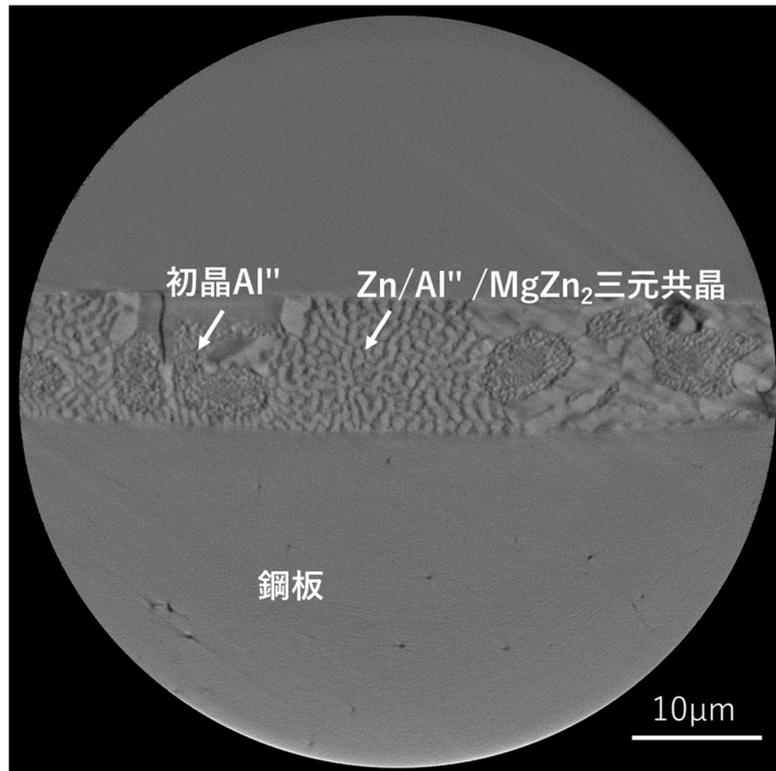


図1. Zn - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板の CT 再構成画像

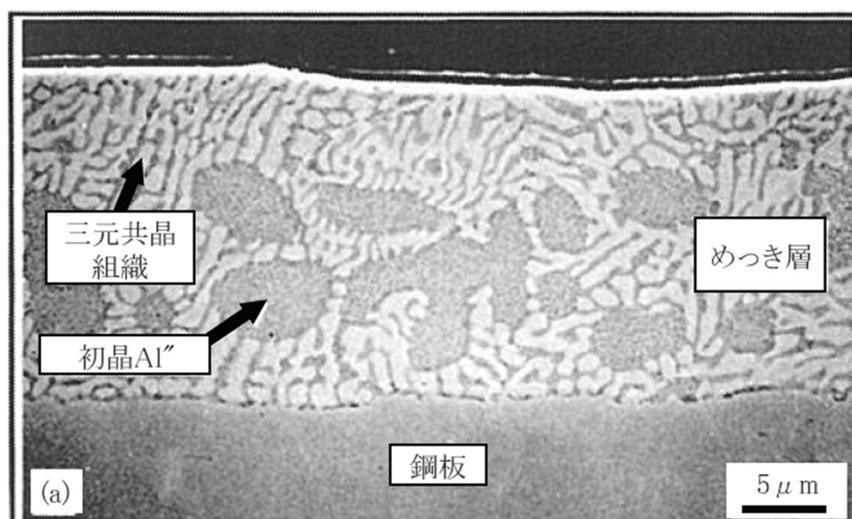


図2. Zn - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板のめっき層断面組織（SEM） [4]

今後の課題：

本課題においては、Zn - 6%Al - 3%Mg めっき鋼板の他に、Al や Mg 濃度の異なるめっき鋼板の分析も実施しており、それぞれめっき組織を構成する相が観察できるか解析を進める。また本報告では、腐食前のめっき鋼板を測定したが、今後は腐食時間の異なるめっき鋼板を用いて同様に非破壊分析を行い、腐食時間と各相の3次元的な腐食進行度合いの関係を調査する予定である。

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.
- [3] 辻村太佳夫：日新製鋼技報 No.92 (2011).
- [4] T.Tsujimura, A.Komatsu and A.Andoh: *Proc. of 5th Int.Conf.on Zinc and Zinc Alloy Coated Steel Sheet (GALVATECH'01)*, ed. by M.Lamberights, Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf, (2001), 145.