

シンクロトロン光による亜鉛めっき層の解析 (Ⅲ)

——ショットピーニングの効果——

庄山昌志*, 村上和美**, 柴田育記***, 田中敏行***, 南部紘一郎****

Fine Structure Analysis of Zn Plating Phase by Synchrotron Radiation (Ⅲ) - Effect of shot peening process on galvanized steel -

Masashi SHOYAMA, Kazumi MURAKAMI, Yasunori SHIBATA,
Toshiyuki TANAKA and Koichiro NAMBU

Shot peening process was applied to improve the surface properties of Zn-based plating materials to the Fe-based substrate. X-ray diffraction (XRD) patterns for Zn-plating were investigated by synchrotron radiation. As a result, shot peening process was very effective to improve the surface properties of the Fe-based substrate.

Key words: Shot Peening, Zn Plating, Synchrotron Radiation, XRD

1. はじめに

これまでの報告において、熔融亜鉛めっきの合金層について、シンクロトロン光を用いた X 線吸収微細構造解析 (X-ray absorption fine structure, XAFS) および X 線回折 (X-ray diffraction, XRD) による構造解析を報告した。その結果、熔融亜鉛めっき表面から 10 μm 深さ程度までは Zn 相が主相であり、合金層は存在していないことに加えて、めっき表面から 60 μm 程度まで掘り進むと、Zn 相ではなく合金層としての FeZn_{13} 相が主相として形成されていることを明らかにした¹⁾。

これらの合金層は熔融亜鉛めっき皮膜と鋼材との付着力を向上させることに役立っているものの、通常以上に成長すると、鋼材との密着は悪くなり皮膜剥離の発生や、めっき皮膜表面の光沢がなくなる、“やけ”の現象を引き起こすことがある。

このことを受け、前報においては、同じくシンクロトロン光を用いた解析により、“やけ”のある熔融亜鉛めっき表面の解析の結果を報告した。その結果、“やけ”のある熔融亜鉛めっきの表面は合金層として FeZn_{13} 相が存在するのではなく、Zn と FeO が個別に存在している可能性を示した²⁾。

このような熔融亜鉛めっきにおける“やけ”の現象は、鋼材の化学組成やめっき作業条件によって左右されるため、やけを抑制する有効な手法が見いだせていないことも課題となっている^{3,4)}。

一方で、金属材料の表面改質技術として、ショットピーニングが注目されている^{5,6)}。ショットピーニング (SP) は、鉄などの微粒子を高速度で鋼材表面に衝突させる技術である。ショットピーニング処理により、鋼材表面は微細化するだけでなく、加工硬化により疲労強度等が向上するとの報告がなされている。さらに、鋼材と異種成分の微粒子をショットすることにより、擬着による金属薄膜が形成され、潤滑性や耐摩耗性を向上させた複合表面の創生も期待できる。しかしながら、このショットピーニ

* 窯業研究室
** エネルギー技術研究課
*** 内田鍛工株式会社
**** 鈴鹿工業高等専門学校

ングによる鋼材の表面改質が熔融亜鉛めっきの性状に及ぼす影響については明らかになっていない。

そこで、本研究では、熔融亜鉛めっきの“やけ”を制御する手法として、鋼材にショットピーニング処理を試みた。また、得られた熔融亜鉛めっきについて、シンクロトロン光を用いた構造解析の有効性について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 試料作製およびショットピーニング処理

熔融亜鉛めっき用のベース鋼材は、前報と同様、自動車構造用熱間圧延鋼板(JIS G3113)を用い、試料サイズは 10.0mm×10.0mm×1.6mm(t)とした。本研究では、熔融亜鉛めっきの表面改質技術として、ベース鋼材の結晶組織への影響を検討するため、前述の鋼板に対して、ショットピーニング処理を行った。ショット球としては直径 3mmφの Fe 球を用い、0.2 MPa もしくは 0.6 MPa の強度でそれぞれ 20 分間鋼板に投射した。また、熔融亜鉛めっきの条件としては、めっき浴温度 478 °C、浸漬時間は 180 sec とした。

2.2 SEM/EDX 解析

上記により得られた亜鉛めっき試料について、SEM/EDX (日立ハイテクノロジーズ社製 Miniscope-TM3000) によりその断面観察及び組成分析を行った。組成分析は FP(Fundamental Parameter)法とし、分析元素は Zn および Fe とした。また、分析は鉄素地から亜鉛めっき方向へ約 10 μm ごとに解析し、断面の組成プロファイルを取得した。

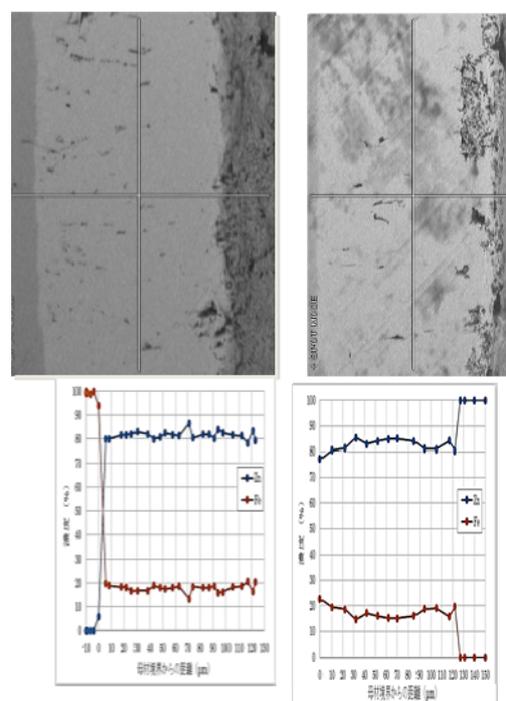
2.3 シンクロトロン光解析(XRD)

(公財)科学技術交流財団あいちシンクロトロン光センターのシンクロトロン光施設において、上記亜鉛めっき試料について X 線回折(X-ray diffraction, XRD)解析を行った。ビームラインには BL8S1(X 線エネルギー : 9.16 keV)を用い、入射角を 5.0°, 侵入深さを約 3.0 μm と設定した。

3. 結果と考察

図 1 にショットピーニングの有無による熔融亜鉛めっきの断面イメージ及び Zn および Fe の断面方向の組成プロファイルを示す。図中、左側が鉄素地であり右側が亜鉛めっき表面となる。

図 1(a)においては、前報のとおり、“やけ”がある熔融めっきにおいては、鉄素地からめっき表面まで Zn および Fe が混合しており、その組成はおおよそ Zn 80%, Fe 20%でほぼ一定になっていることが確認された。一方、図 1(b)においては、同条件のめっき条件で鋼板に対して 0.2 MPa のショットピーニング処理を行った結果、鉄素地から、約 120 μm までは Zn および Fe が混合しているものの(組成はおおよそ Zn 80%, Fe 20%)、それ以降めっき表面までは、ほぼ Zn 成分のみが観察され、表面にやけが発生していないことが明らかとなった。このことから、本試料においては鋼板へのショットピーニング処理が、熔融亜鉛めっき表面のやけ防止に効果的であることが確認された。



(a) SP なし (やけあり) (b) SP あり
図 1 Zn めっきの断面イメージ及び組成プロファイル

図 2 にショットピーニングの有無による熔融亜鉛めっきの表面のシンクロトロン光を用いた XRD 測定結果を示す。前報のとおり、今回の XRD 測定では入射角を 5.0°と浅く設定しているため、試料への侵入深さは約 3.0 μm 程度であり、エッチング幅を超えた層の回折情報は得られておらず、ほぼ作製した試料表面に関する回折情報だけが得られて

いる。図 2 より、鋼板へショットピーニング処理を実施した溶融亜鉛めっきにおいては、図 1 の結果と同様、Zn 相のみから構成されており、第 2 相の析出は認められなかった。それに対し、ショットピーニング処理を実施していない鋼板へ溶融亜鉛めっきを実施した場合、Zn 相に加えて第 2 相が析出している様子が観察された。この結晶相は、FeZn₁₃ 相もしくは FeO 相と思われたが、前報の結果より、やけ表面においては、Zn-Fe 結合がないことが明らかになっているため、おそらく FeO であると想定できる。

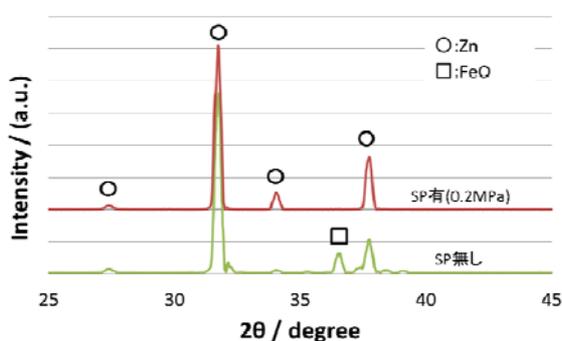


図 2 溶融 Zn めっき表面の SP 処理の有無による XRD 結果の比較

この結果より、ショットピーニング処理なしの場合は、亜鉛めっき皮膜の表面まで Fe が拡散し、“やけ”の原因となっているのに対し、鋼板へショットピーニング処理を施すことによって、めっき表面は Zn のみとなり、“やけ”現象を抑制することが確認できた。このことは、鋼板表面がショットピーニングにより微細化等の表面改質がなされた結果であると思われる。そのため、次にショットピーニング処理を行った鋼板の表面について解析を実施した。

図 3 にショットピーニングの処理圧力に対する鋼板の X 線回折(XRD)ピークの依存性を示す。鋼板の結晶性の基準として、Fe(110)面のピーク強度を測定した。その結果、ショットピーニング未処理に比べて、処理圧力が大きくなるにつれて Fe(110)ピークが低くかつブロードになる傾向が観察された。これは、ショットピーニングにより鋼板表面の結晶性が低下し、かつ結晶粒が微細化したことを示していると思われる。

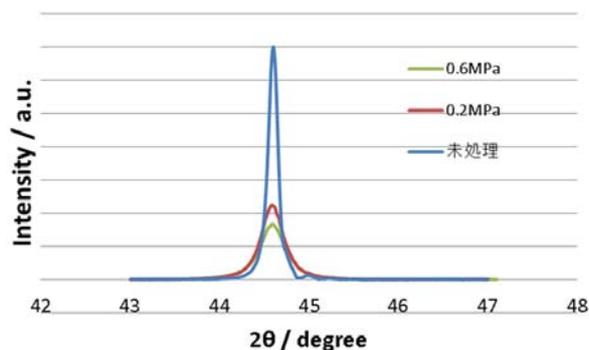


図 3 SP 処理圧力に対する Fe(110)面の変化

そこで、図 4 にショットピーニングによる効果を確認するために、図 3 の XRD ピークの半値幅から下記 Scherrer の式より結晶子サイズを計算した結果を示す。

$$D(hkl) = k\lambda / \beta \cos\theta$$

(D : 結晶子サイズ(Å), λ : 測定 X 線波長,
β : 半値幅, θ : 測定面のブラッグ角(rad))

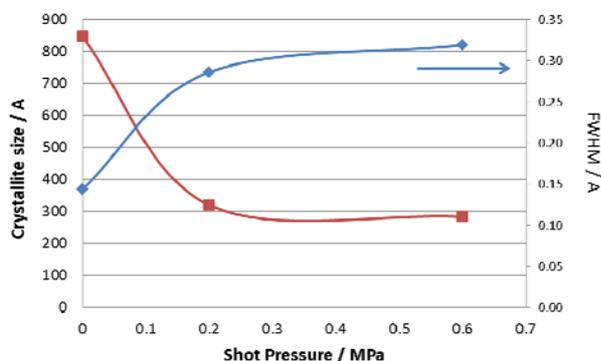


図 4 ショットピーニング圧力に対する Fe(110)面の結晶子サイズの変化

図より、ショットピーニング未処理時は、結晶子サイズは約 850 Åであったのに対し、ショット圧が 0.2 MPa 以上で約 300 Åと半分以下まで微細化し一定値となった。この際、ショット圧の効果は 0.2 MPa でほぼ飽和しており、0.6 MPa でも、結晶子サイズの変化はわずかであった。

以上の結果より、ショットピーニング処理は、鋼板表面の結晶を微細化する効果があることが明らか

かとなった。前述の結果と合わせると、鋼板の微細化は溶融亜鉛めっきのやけの抑制と相関があると思われるが、その抑制メカニズムについては今後より詳細に検討を進める必要がある。

4. まとめ

溶融亜鉛めっきのやけ抑制に関して、鋼板へのショットピーニング処理が有効であることを明らかとした。また、シンクロトロン光を用いた XRD 解析によりショットピーニング処理に関する有用な情報を得ることができ、その有効性を確認できた。

参考文献

- 1) 庄山昌志ほか：“シンクロトロン光による亜鉛めっき層の解析”，平成 27 年度三重県工業研究所研究報告，No.40, p.86-89(2016)
- 2) 庄山昌志ほか：“シンクロトロン光による亜鉛めっき層の解析（Ⅱ）”，平成 28 年度三重県工業研究所研究報告，41, p120-123 (2017)
- 3) 橋本 哲ほか：“溶融亜鉛めっき鋼板の合金化に及ぼす鋼中の P の影響”鉄と鋼，日本鉄鋼協会, Vol.84, No.10, 727(1998)
- 4) 三吉康彦：“亜鉛系めっき鋼板”，実務表面技術, Vol.35, No.1p22(1988)
- 5) 杉下 潤：“微粒子衝突によって改質された金属表面の摩擦摩耗特性”，表面技術, Vol.52, No.2(2001)
- 6) 加藤 修ほか：“微粒子による精密ショットピーニングでの表面改質”，表面技術, Vol.52, No.8(2001)