

平成 30 年 6 月 25 日現在

機関番号：12614

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K18232

研究課題名(和文) 亜鉛めっき鋼材の腐食疲労に関する基礎研究

研究課題名(英文) Fundamental research of corrosion fatigue at galvanized steel

研究代表者

盛田 元彰 (Morita, Motoaki)

東京海洋大学・学術研究院・助教

研究者番号：30636626

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：溶融亜鉛めっき鋼材の耐腐食疲労の設計手法を確立することを目的に、大気雰囲気中の疲労と腐食環境下での疲労のき裂発生・進展過程を解析することにより疲労強度低下要因となるめっき組織を明らかにした。腐食の有無に関わらず、低～中サイクル域における疲労強度低下要因となる組織は合金層であった。高サイクル域における疲労強度低下要因となる組織は純亜鉛層であった。腐食環境下では、表面酸化により表面が硬化した。酸化物の形成がき裂発生を遅らせ、結果として腐食環境下の疲労強度が増加した。これは腐食環境下で緻密な腐食層を形成させる合金設計をすることで腐食疲労を抑制できることを意味し、今後の材料設計に活かせる。

研究成果の概要(英文)：In order to establish the design method of corrosion fatigue at hot-dip galvanized steel, the fatigue crack initiation and its propagation were analyzed. The microstructures due to the reduction of the fatigue strength and the corrosion fatigue strength were identified. Regardless of the presence or absence of corrosion, the microstructure due to decreasing fatigue strength in the low cycle region was the alloy layer in the galvanized layer. On the other hand, that in the high cycle region was the pure zinc layer in the galvanized layer. In the corrosive environment, the galvanized layer oxidized, and its hardness increased. From these results, the increase of fatigue strength under the condition of high humidity was caused by delaying the occurrence of cracks by formation of the oxide layer. It suggests that corrosion fatigue can be suppressed by controlling the microstructure of the corrosion product under a corrosive environment.

研究分野：機能・構造材料

キーワード：腐食疲労 溶融亜鉛めっき鋼 き裂起点部 亜鉛層 合金層

1. 研究開始当初の背景

溶融亜鉛めっき鋼材は小型から大型の炭素鋼材に短時間で厚いめっき膜を成膜できるため大量生産に適しており、社会インフラの基盤材料となっている。近年、社会インフラの耐用年数を迎え疲労や腐食を要因とした事故が懸念されており、溶融亜鉛めっき鋼材の強度評価が求められている。使用される環境は腐食疲労の生じる環境にあり、腐食疲労を理解するためには、腐食と疲労のそれぞれの挙動を知る必要がある。これまで、亜鉛めっきは耐食性についての研究は多くされてきたが、その強度面、特にめっき組織と疲労強度の関係性についてはほとんど研究されてこなかった。このような背景から、腐食と疲労の両方が生じる環境において亜鉛めっき材の使用範囲を決定する手法が確立されていない状況にある。そこで、第1段階に疲労のみの破壊機構を正確に捉え、第2段階に腐食度を制御した腐食疲労試験法により腐食環境下の疲労限を理解することを目的とし、本研究に着手した。

2. 研究の目的

溶融亜鉛めっきの組織は合金層と純亜鉛層から成る複層構造であり、それらの機械的特性や結晶構造は異なる[1]。しかし、各層が疲労強度へ及ぼす影響は明確でなく、その疲労現象を明らかにする必要がある。次に一定の腐食環境下における疲労試験を行い、その破面解析を通して、非腐食環境下と腐食環境下間の疲労破壊形成機構の差異を明らかにする。そして、腐食疲労環境下で使用される表面処理材の今後の設計手法を提案する。

3. 研究の方法

(1) 試料

供試材には、冷間加工ままの S45C 丸棒を砂時計型試験片に加工した CS(carbon steel)材、CS 材を溶融亜鉛めっき処理した GS(galvanized steel)材、 η 相を除去するために酸処理した AT(acid-treated GS)材を用いた。亜鉛めっき処理は CS 材を脱脂、酸洗、フラックス除去後 450 °C の亜鉛槽に 180 s 浸漬し、空冷 30 s、水冷 60 s の条件で行った。めっき処理時の熱影響を考察するため CS 材を 450 °C のソルト槽に 180 s 浸漬後、空冷 30 s、水冷 60 s の条件で熱処理した HT3 材を作製した。なお、めっき前処理の酸洗処理は疲労強度に影響しないことを確認した。

(2) 引張試験

引張試験は室温環境下で、初期ひずみ速度 $4.76 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で行った。

(3) 疲労試験と腐食疲労試験

疲労試験は室温環境下で、応力比 $R = 0.01$ 、周波数 $f = 10 \text{ Hz}$ 、荷重波形が正弦波の負荷

条件で行った。破断せずにサイクル数 1×10^7 回を超えた場合、試験を終了し、その時の最大応力を疲労限とした。腐食疲労試験の腐食環境は Fig. 1 の湿度制御装置を製作し、一定の腐食度となる環境を作った。なお、今回の実験では湿度 $\text{RH} = 80\%$ とした。

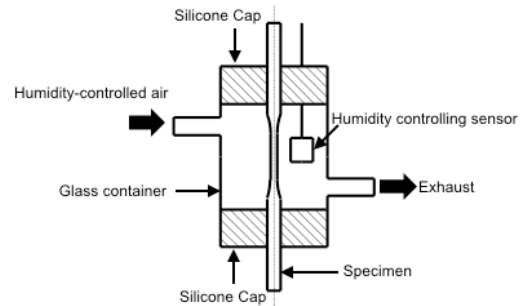


Fig. 1 Schematic diagram of the experimental equipment for the controlling humidity. [2]

4. 研究成果

(1) 静的引張強度

Fig. 2 は各試料の応力—ひずみ曲線である。HT3 材は CS 材よりも降伏点、最大引張強さが大きくなった。しかし、CS 材と GS 材の降伏点、最大引張強さは同程度であった。したがって、基材は熱処理によって硬化しており、めっきにより全体として CS 材と同程度の強度になるといえる。GS 材や HT3 材の熱処理温度域ではひずみ時効が生じる[3]。本実験の試料でも、ひずみ時効が生じたと考えられる。AT 材は酸処理の際に表面に凹凸形状が形成されたため、GS 材よりも延性が低下したが、強度には差が出なかった。

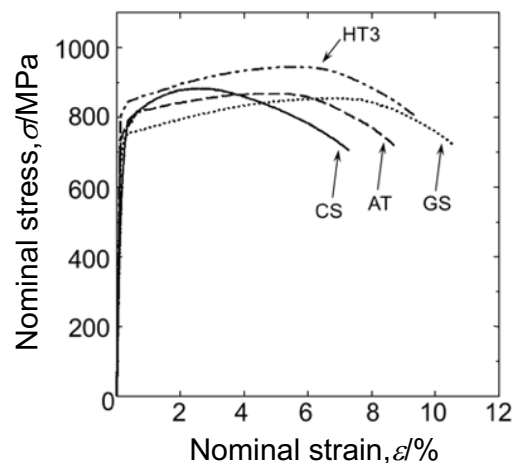


Fig. 2 Stress-strain curves of specimens. [3]

(2) 疲労強度に及ぼす溶融亜鉛めっき処理の影響

① 疲労強度

CS 材と GS 材の疲労強度を比較した時、高応力・低サイクル側 ($N_f = 10^4$ 回以下) では

両者の疲労強度に差はなかった (Fig. 3)。破面解析した結果、低サイクル側の破断部先端はくびれており、延性破壊していた。したがって、低サイクル側の疲労強度は静的引張強度に影響される。疲労強度を最大引張強さで規格化したとき、実際にその値は試料間で差がなかった。

GS 材の疲労強度は他の試料と比較して、低応力・高サイクル側 ($N_f = 10^4$ 回以上) になるにつれて大きく低下した。また、サイクル数が増すにつれて、両者の疲労強度の差は大きくなった。この要因を明らかにするために破面解析を行った。

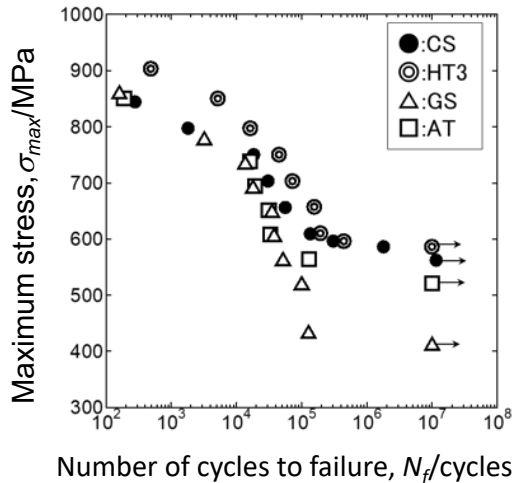


Fig. 3 S-N curves of specimens. [3]

②中～高サイクルにおける溶融亜鉛めっき処理による疲労強度低下要因

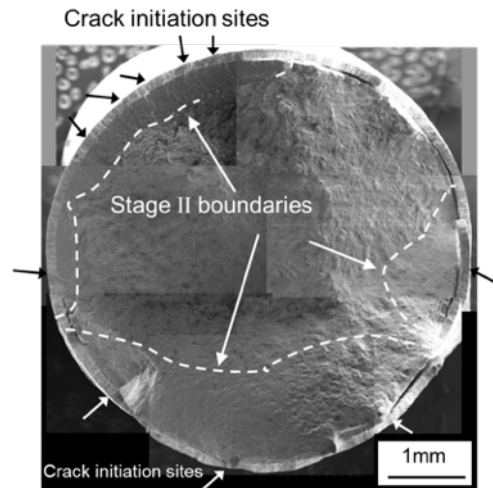
疲労起点部とその進展方向を明確にすることで疲労強度低下要因を明らかにした。すなわち、破面上の起点部、サブクラック、塑性変形痕を詳細に観察した。亜鉛めっきは3層構造をしており、それらの層の相はη相、ζ相、δ₁相である。GS 材の疲労起点部はサイクル数によってめっき層の中で起点部が変化した。すなわち、低サイクル側 (10^4 回以下) では最表面のη相が起点部であり、中サイクル ($10^4 \sim 10^5$ 回) ではζ層あるいはδ₁層が起点部であり、高サイクル (10^5 回以上) ではη相が起点部であった。低サイクルや高サイクルの stage II 領域の形状は楕円状であったが、中サイクルでは三日月状であった (Fig. 4)。中サイクルの起点部は複数あった。き裂進展方向を解析した結果、繰返し応力軸方向に沿ってき裂が進展しており、き裂連結が生じていた。これらのことから、複数のき裂起点部から発生したき裂が合体し、1つの主き裂を形成したため三日月状の Stage II 領域の形状となったといえる。GS 材は CS 材や HT 材よりも疲労強度が低下し、特に高サイクル側で顕著であった。この要因はめっき部でき裂が発生容易であったためと考え、η相のみを除去した AT 材にて疲労試験を行った。η相を除去することで疲労強度が上昇した (Fig. 3)。η相は高サイクル側の疲労強度

を低下させる要因であった。しかし、中サイクルでは、AT 材と GS 材の疲労強度に差がなく、中サイクルの疲労破壊低下要因はη相にない。この結果は、破面観察から得られたζ層あるいはδ₁層が起点部であることを支持する。

中サイクル域における疲労強度低下要因となる組織は合金層にあり、複数のき裂起点部が合金層から発生し、それらのき裂が合体し、1つの主き裂を形成した。

高サイクル域における疲労強度低下要因となる組織はη相である。ビッカース硬さを測定した結果、η相が最も軟質層であった。η相は塑性変形容易である。η相が軟質であるため、固執すべり帯の形成が容易であったため、早期にき裂形成が生じ、疲労強度が低下したと考えられる。

(a) Middle cycle fatigue



(b) High cycle fatigue

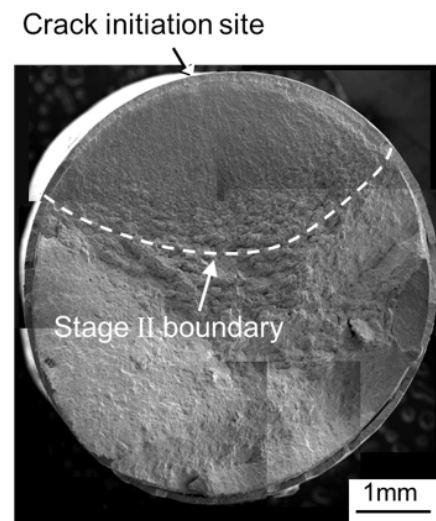


Fig. 4 SEM photographs of fatigue fractures at galvanized steel in (a) low cycle fatigue and (b) high cycle fatigue. [3]

(3) 溶融亜鉛めっき鋼の腐食疲労

① 腐食疲労強度

GS 材の RH = 80% 環境下における疲労強度は、中サイクルで増加し、大気雰囲気中よりも大きくなった (Fig. 4)。その強度差はサイクル数が増すにつれて大きくなった。

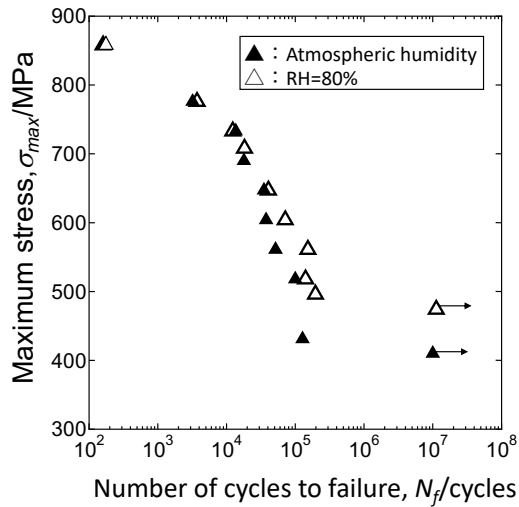
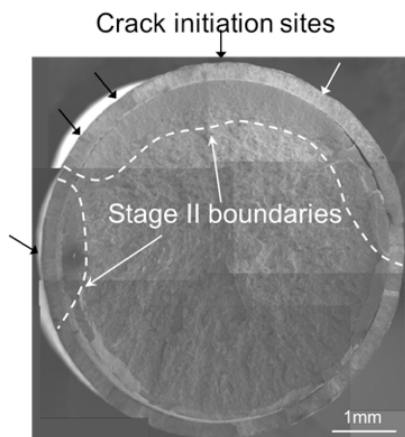


Fig. 4 S-N curves of GS materials under atmospheric humidity and RH = 80%. [2]

② 中サイクル域での腐食疲労破壊形態

腐食疲労下においても、中サイクル疲労と高サイクル疲労では、同様の破面形態となった (Fig. 5)。すなわち、中サイクル域では亜鉛めっき層に複数のき裂起点部が観察され、破面における Stage II 領域の形状は三日月状であった。一方、高サイクル側では、き裂開始部位の数は 1 個であり、破面上のステージ II の形状は楕円状であった。しかし、RH = 80% の条件では三日月状から楕円状の破面形態に移行した繰返し応力が、大気湿度条件よりも大きかった。以降の高サイクル側では疲労強度も大きかったことから、RH = 80% の条件下で高サイクル側では亜鉛めっき層が腐食疲労に対して強化された。

(a) Middle cycle fatigue



(b) High cycle fatigue

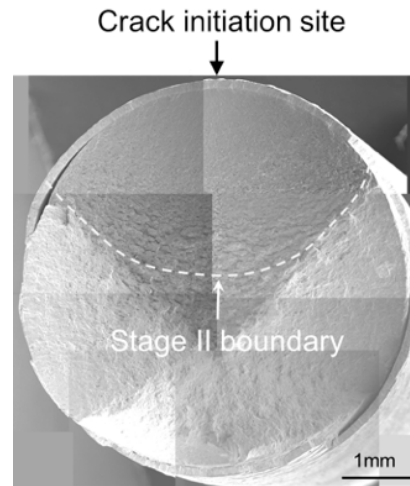


Fig. 5 SEM images of the fracture surface in GS materials in (a) middle cycle fatigue and (b) high cycle fatigue under the condition of RH = 80%. [2]

③ 表面酸化による硬さの向上

同じサイクル数で破断した大気雰囲気と腐食環境下の試料を比較すると、RH = 80% の条件下での亜鉛めっき層の酸素含有量は、大気湿度の条件下でのそれよりも大きかった (Fig. 6)。このとき、亜鉛めっき層は表面がわずかに腐食し、酸化物の層が形成された。それにより高酸素含有量を有する亜鉛めっき層の硬度が増加した。その酸化物の形成がき裂発生を遅らせ、結果として腐食環境下の疲労強度が増加した。これは腐食環境下で緻密な腐食層を形成させる合金設計をすることで腐食疲労を抑制できることを意味し、今後の材料設計に活かせる知見である。

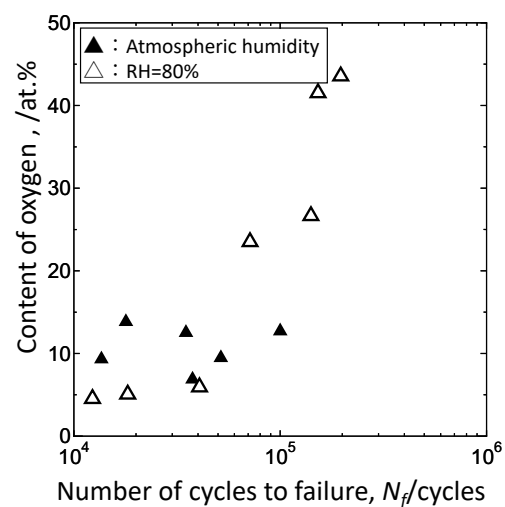


Fig. 6 The relationship between the number of cycles to failure and oxygen content at the surface of the galvanized steel.

(4)まとめ

高応力・低サイクル側では疲労強度に対してめっき組織の影響はほとんどない。一方、低応力・高サイクル側では、母材の組織よりもめっき組織の方が疲労強度に大きく影響することが明らかになった。また、腐食疲労環境下で、条件が揃えば疲労強度が向上した。構造部材に使用される基本的な材料強度は母材の強度により担保されなければならないという考えに基づいて設計されていることが多い。しかし、疲労や腐食疲労環境下における金属材料の信頼性を向上させるためには環境による表面組織の変化ならびに表面処理の影響を詳細に解析することにより、設計手法を確立していく必要がある。

<引用文献>

- [1]S. Lazik, C. Esling and J. Wegria: Textures Microstruct., 23(1995), 131-147.
- [2]K. Hasegawa, M. i Morita, and S. Motoda, Effect of Relative Humidity on Crack Growth Mechanism of Hot Dip Galvanized Steel in Atmospheric Environment, ECS transactions, 80, 2017, pp. 609-618,
- [3]K. Hasegawa, M. Morita, and S. Motoda, Osamu Umezawa, Influence of Zinc Galvanizing Layer on Fatigue Strength of Carbon Steel, CAMP-ISIJ, 80, 2015, pp. 332,
- [4] A. Chatani: J. Soc. Mater. Sci., Jpn., 23(1974), 783-788.
- [5] D. Miao, S. Nishida and N. Hattori: Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A, 67(2001), 321-326.

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① Kayo Hasegawa, Motoaki Morita, and Shinichi Motoda, Effect of Relative Humidity on Crack Growth Mechanism of Hot Dip Galvanized Steel in Atmospheric Environment, ECS transactions, 査読有, Vol. 80, No.10, 2017, pp. 609-618, <http://ecst.ecsdl.org/content/80/10/609.abstract>

[学会発表] (計 4 件)

- ①長谷川 嘉代, 盛田 元彰, 元田 慎一, 溶融亜鉛めっきした炭素鋼の疲労強度に及ぼすめっき層の影響, 日本鉄鋼協会 第170回秋季講演大会, 2015.
- ②林 龍男, 長谷川 嘉代, 盛田 元彰, 元田 慎一, 亜鉛めっき鋼材の疲労強度に及ぼすめっき膜厚の影響, 日本金属学会 第12回ヤングメタラジスト研究交流会, 2015.
- ③長谷川 嘉代, 盛田 元彰, 元田 慎一,

溶融亜鉛めっき処理時の熱影響と疲労強度低下要因の検討, 日本鉄鋼協会 第174回秋季講演大会, 2017.

- ④Kayo Hasegawa, Motoaki Morita, Shinich Motoda, Effect of Relative Humidity on Crack Growth Mechanism of Hot Dip Galvanized Steel in Atmospheric Environment, The electrochemical society, 232nd ECS MEETING, 2017.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

- 出願状況 (計 0 件)
- 取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等
なし

6. 研究組織

(1)研究代表者
盛田 元彰 (MORITA, Motoaki)
東京海洋大学・学術研究院・助教
研究者番号: 3 0 6 3 6 6 2 6

(2)研究分担者
なし

(3)連携研究者
なし

(4)研究協力者

元田 慎一 (MOTODA, Shinichi)
東京海洋大学・学術研究院・教授
研究者番号: 1 0 1 9 0 9 6 9

長谷川 嘉代 (HASEGAWA, Kayo)
東京海洋大学大学院・海洋科学技術研究科・
応用環境システム学専攻・博士後期課程院生

梅澤 修 (UMEZAWA, Osamu)
横浜国立大学・工学研究院・教授
研究者番号: 2 0 2 4 3 1 7 1