

合金化溶融亜鉛めっき鋼板のFe-Zn金属間化合物 コーティングの破壊・はく落挙動

落合 庄治郎*・富田 達也*²・中村 登代充*³・岩本 壮平*⁴
奥田 浩司*・田中 基嗣*⁵・北條 正樹*⁵

Fracture and Peeling Behavior of Fe-Zn Intermetallic Coating of Galvannealed Steel Sheet

Shojiro OCHIAI, Tatsuya TOMIDA, Toyomitsu NAKAMURA, Sohei IWAMOTO,
Hiroshi OKUDA, Mototsugu TANAKA and Masaki HOJO

Synopsis : Tensile fracture and peeling behavior of the Fe-Zn intermetallic coating of galvanized steel, together with that of the alumina coating of anodic-oxidized aluminum as a reference were studied. The Fe-Zn coating exhibited first multiple-fracture perpendicular to the tensile axis. Then the coating exhibited compressive fracture in the width-direction, followed by powdering and the mode II-type crack extension in the δ_1 layer and in the δ_1 layer near the δ_1 - Γ interface. As a result, the upper $\xi+\delta_1$ and $\xi+\delta_1+\Gamma_1$ layers were peeled off and the thin $\delta_1+\Gamma_1+\Gamma$ and $\Gamma_1+\Gamma$ layers remained on the steel. Under further applied strain, the remaining $\delta_1+\Gamma_1+\Gamma$ and $\Gamma_1+\Gamma$ layers were fractured in compression in the width-direction, followed by powdering and debonding at the Γ -substrate interface. In such a two times-compressive fracture process, coating layers were peeled off. The alumina coating on the aluminum substrate exhibited multiple-fracture perpendicular to the tensile stress as similarly as the Fe-Zn intermetallic coating. Then, when the coating was thin, the multiply-cracked layer fractured in compression perpendicularly to the tensile axis, accompanied by buckling and wedging, resulting in peeling as similarly as the galvanized coating.

Key words : galvanized steel sheet; coating; compressive fracture; peeling; mode II fracture.

1. 緒言

合金化溶融亜鉛めっき鋼板 (GA鋼板) は、冷延鋼板表面にFe-Zn系金属間化合物がコーティングされた構造をしている。このFe-Znコーティング層は硬くてもろい性質のため、鋼板が塑性変形すると変形が追従できず破壊・はく落が生じる。この現象はプレス加工時の加工性や生産効率の低下につながる¹⁾。

本研究の目的は日本鉄鋼協会・合金化溶融亜鉛めっき皮膜の構造と特性研究会の共通試料、および比較材として、GA鋼板と同様に脆性コーティング/金属基材の組み合わせである陽極酸化アルミニウム線材 (以下 Al_2O_3/Al と略称) を試験し、両者の比較から、破壊・はく離メカニズムに関する知見を得ることである。比較材として Al_2O_3/Al を選んだのは、作製が容易なこと、および、Fe-Znコーティング層の表面は凹凸が大きいのに対し、比較的なめらかで破壊・はく離の様相が観察しやすいことによる。このように比較材を用いる点が一つ目の特徴である。

Fe-Znコーティング層のはく離・はく落には、亜鉛めっき浴中のAlの濃度²⁾、合金化処理時の加熱温度³⁻⁵⁾、合金

化処理の速度⁶⁾、合金化完了後の冷却速度⁷⁾、コーティング層の構造⁸⁻¹⁰⁾、コーティング層の厚さ⁴⁾、マトリックスとなる鋼板の種類¹¹⁾など多くの因子が影響することが報告されている。そのため、研究会で配布された共通試料の破壊・はく落プロセスが唯一無二のものとは限らない。しかし、たとえ上記条件が異なっても、破壊・はく落の力学的プロセスには共通性があるはずである。著者らは、これまでなされてきた上記条件の異なる広範な試料を用いた研究結果の報告から、コーティング層は負荷応力下では多重破断¹²⁻¹⁶⁾を示した後、はく落が生じ、その過程で引張軸に垂直な方向への圧縮応力が重要な役割を果たす¹⁴⁻¹⁷⁾ことが主な共通性と判断した。そこで本研究では、引張応力負荷下でのコーティング層の圧縮破壊とそれが引き起こすはく落に焦点を当てた。この点が本研究の二つ目の特徴である。

2. 実験方法

2.1 試料

本実験に用いた試料は、日本鉄鋼協会・合金化溶融亜鉛めっき皮膜の構造と特性研究会の共通試料である実験室作

平成16年6月28日受付 平成16年8月23日受理 (Received on June 28, 2004; Accepted on Aug. 23, 2004)

* 京都大学国際融合創造センター (International Innovation Center, Kyoto University, Yoshida Sakyo-ku Kyoto 606-8501)

* 2 京都大学大学院生 (現: (株)ブリヂストン) (Graduate Student, Kyoto University, now Bridgestone Co.)

* 3 京都大学大学院生 (現: 住友金属工業 (株)) (Graduate Student, Kyoto University, now Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

* 4 京都大学大学院生 (Graduate Student, Kyoto University)

* 5 京都大学工学研究科 (Graduate School, Kyoto University)

成材で、基材は化学組成C: 0.002, Si: 0.008, Mn: 0.1, P: 0.01, Al: 0.024, Ti: 0.051 mass%のIF (interstitial free) 鋼、コーティング層厚さは平均 $10\mu\text{m}$ である。773K, 80sの合金化熱処理が施されている。Fig. 1に、コーティング層の光学写真と構造の模式図を示す。コーティング層は、最表面の ζ 相を主相とする層（以下、 ζ 層と略称）、中間の δ_1 相を主相とする層（ δ_1 層）、その下の δ_1 相とピラミッド状の Γ_1 相が混在する層（本報では便宜上 Γ_1 層と呼ぶ）、基材鋼に接した Γ 相からなる層（ Γ 層）からなる層状構造になっている。 δ_1 層が最も厚く、ついで、 ζ 層が厚い。 Γ 層は薄く、 Γ_1 層は極めて薄い。

比較材としての $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 複合線材は、1100Al線を電解研磨で表面仕上げしたものを 0°C に冷却した20%硫酸溶液中に浸漬し、20Vの電圧負荷で陽極酸化反応によりAl線材に Al_2O_3 をコーティングして作製した。

2.2 引張試験

合金化溶融亜鉛めっき鋼板は、ファインカッターにより長さ100mm、幅10mm、厚さ0.8mmに切り出したものを試験片とし、ゲージ長は50mmとした。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 線材の直径は Al_2O_3 コーティング層厚さにより異なるが平均0.8mmであった。ゲージ長は25mmとした。両試料共に、引張試験は、室温大気中において変位速度 $8.3 \times 10^{-6}\text{m/s}$ の変位制御で実施した。試験にはねじ式万能試験機（島津製作所（株）製 Autograph AG-50kNG、容量50kN）を用いた。試験片の伸びの測定には、ビデオ式非接触伸び計（島津製作所（株）製、DVE-200）を用いた。

2.3 SEM観察およびEPMA解析

コーティング層の破壊・はく離の様相は、試料に種々のひずみを負荷後、イオンコーター（日本電子（株）製、FINECOATER JFC-1200）で表面に金蒸着後、SEM（日本電子（株）製、JSM-5410LS）を用いて観察した。

後述のように本GA鋼板コーティング層のパウダリングやはく落は2回の圧縮破壊を通じて生じた。コーティング層は多層から成っているため、これらのプロセスでどの層あるいはどの界面が破壊したかを同定する必要があった。そのため、露出面について、エネルギー分散型X線分光分析装置EPMA（Electron-Probe Micro Analyzer、日立製作所（株）製X-650）で面分析を行った。

3. 結果および考察

3.1 比較材としてのアルミニウムにコーティングされた Al_2O_3 層の破壊挙動

後に3.2で示すようにFe-Znコーティング層は多重破断現象を示した。比較材として試験した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 線材でも同様であった。多重破断した Al_2O_3 コーティング層はFig. 2に示すように、層が薄いとき(a), (b), (c)には、円周方向の圧縮破壊を、厚いとき(d)には界面はく離を生じた。円周

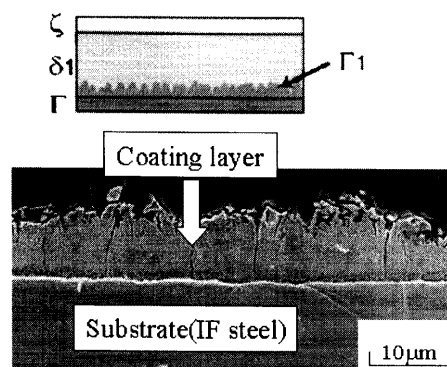


Fig. 1. Structure of the galvanized coating.

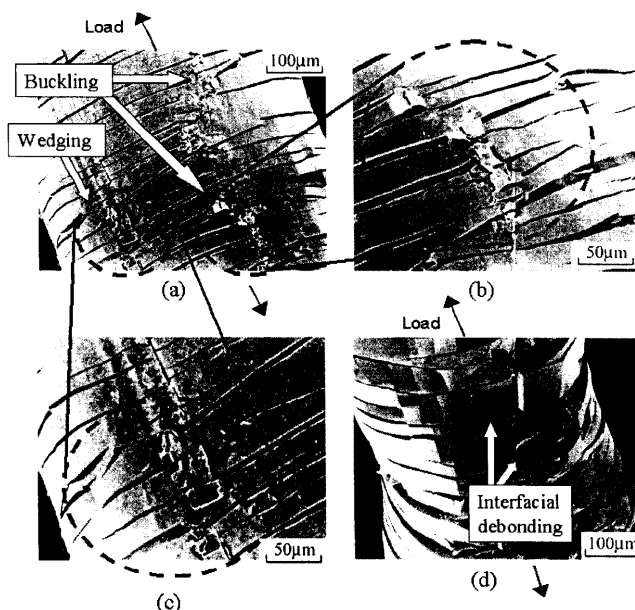


Fig. 2. Fracture morphology of the Al_2O_3 -coated aluminum wire, showing (a, b and c) compressive fracture of the multiply cracked Al_2O_3 layer in the circumferential direction, which takes place when the Al_2O_3 layer is thin ($8.0\mu\text{m}$ in this example) and (d) interfacial debonding, which takes place when the layer is thick ($34\mu\text{m}$).

方向の圧縮破壊から界面はく離への遷移はコーティング層厚さ約 $30\mu\text{m}$ で生じた。遷移厚さ以下の場合、円周方向の圧縮応力により、(b)に示すようにバックリング (buckling)により小さく壊れながら盛り上がる場合と、(c)に示すように破断片の一方がくさびのように他方の下に潜り込む（ウエッジング：wedging）場合があった。このようなコーティング層のバックリングやウエッジングは、GA鋼板コーティング層でも試料幅方向に生じることが観察されており¹⁴⁾¹⁷⁾，“引張負荷応力下で、延性基材上の脆性コーティング層に生じる引張軸に垂直方向の圧縮応力”が支配する現象といえる。これより、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ で観察されたコーティング層がバックリングやウエッジングで壊れてはく落する現象はGA鋼板のパウダリング・フレーキング現象と同じメカニズムで生じていることが示唆される。

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 線材では、基材金属の塑性変形（ポアソン比

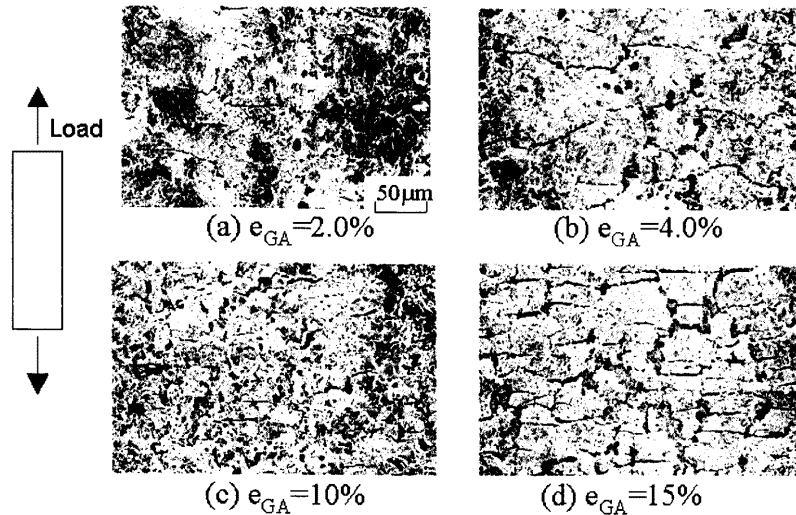


Fig. 3. Progress of multiple fracture of the galvanized coating. e_{GA} =(a) 2.0, (b) 4.0, (c) 10 and (d) 15%.

0.5) による半径方向の収縮がコーティング層の弾性変形 (ポアソン比0.2~0.3 (Al_2O_3 では0.25)) による収縮より遙かに大きく、その収縮差により、(a), (b), (c)コーティング層が薄い場合は円周方向に高い圧縮応力が生じ、圧縮破壊を引き起こし、(d)厚い場合は半径方向に高い引張応力が生じ、界面はく離を引き起こす。なお、この場合の応力状態については、並行して行った有限要素法解析結果¹⁸⁾を参照されたい。上述のように、コーティング層が薄い場合の圧縮破壊はバックリングやウエッジングの形で生じ、コーティング層はく落の原因となる。またコーティング層が厚い場合の界面はく離は直接はく落の原因となる。これらの結果はGA鋼板のコーティング層の破壊・はく離のメカニズムについて、以下の示唆を与えている。

(1) 板材であるGA鋼板の応力分布は線材とは異なり、界面での引張応力は低いので、コーティング層の圧縮破壊がはく落に重要な役割を果たす。

(2) 板材幅方向では基材鋼の塑性変形による収縮に弾性変形するコーティング層が追従出来ない。そのため、引張応力下でのコーティング層の圧縮破壊は、幅方向に生じる。圧縮破壊はワイヤ材と同様にバックリング・ウエッジングの形で生じ、コーティング層をはく落させる。

(3) 線材では Al_2O_3 層の厚さが $30\mu m$ 以上で、界面に垂直な引張応力によって界面はく離が生じた。これはモードI的な破壊である。板材では界面に垂直方向の引張応力は線材に比して低いこと、GA鋼板のコーティング層厚さは薄い (本研究の試料では $10\mu m$) ことから、GA鋼板ではモードI的な界面はく離は生じにくい。したがって、これまでGA鋼板で観察されてきたはく離現象には、モードII的な破壊が関与していると考えられる。

3.2 Fe-Znコーティング層の多重破断

種々のひずみ (e_{GA}) を負荷した試料におけるコーティング層の多重破断の様相を Fig. 3 に示す。ひずみの増加につ

れてクラックの数は増加している。すなわち、コーティング層は多重破断する。多重破断現象は、マトリックスの破断ひずみが繊維のそれより大きい繊維強化複合材料中の繊維¹⁹⁻²³⁾、高破断ひずみ材にコーティングされた低破断ひずみ材²⁴⁻²⁶⁾などの破壊挙動でもよく観察される現象で、以下のメカニズムで生じる。与えられた負荷歪みでコーティング層が破断すると、その断面では基材のみが外力を負担する。そのため、その断面で荷重負担能力は一旦減少する。その後負荷ひずみが増加すると、基材は加工硬化するため、再びその断面での荷重負担能力は上昇し、他の断面と同じレベルに達する。この過程で破断したコーティング層には界面のせん断応力を介して応力が伝達される。この伝達された応力は以前より高い。そのため、他の箇所でもコーティング層は破断する。このようなプロセスの繰り返しにより、コーティング層は多重破断する。

3.3 Fe-Znコーティング層の破壊・はく落

3.3.1 モードII破断が生じる層および界面

コーティング層のはく落は、多重破断後、約20%の高負荷ひずみで部分的・散発的に生じはじめ、破断点近傍 (ひずみ約40%で基材鋼のネッキングで破断) では試料全域で観察されるようになった。さらに、より変形の進んだネッキング部近傍では、変形量の少ないネッキング部から離れた領域に比して、よりはく落が進んでいた。以下では、ネッキング部とネッキング部から離れた領域でのコーティング層の破壊形態を観察して、その比較から、はく落プロセスを検討する。

Fig. 4 にネッキング部、Fig. 5 にネッキング部から離れた領域でのコーティング層の破壊の様相を示す。変形量が多いネッキング部周辺ではコーティング層の多くがはく落しており、基材鋼表面が露出している。一方、変形量の少ないネッキング部から離れた領域のはく落部では、き裂の入った脆性的な薄い層が残存している。これより、変形量

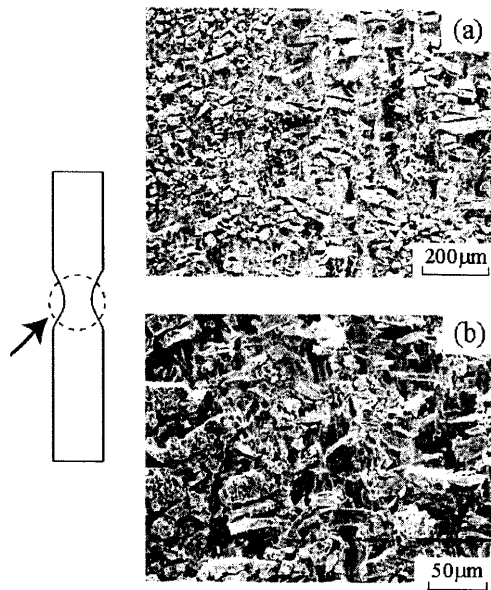


Fig. 4. Appearance of the galvannealed coating in the necked region of the GA steel.

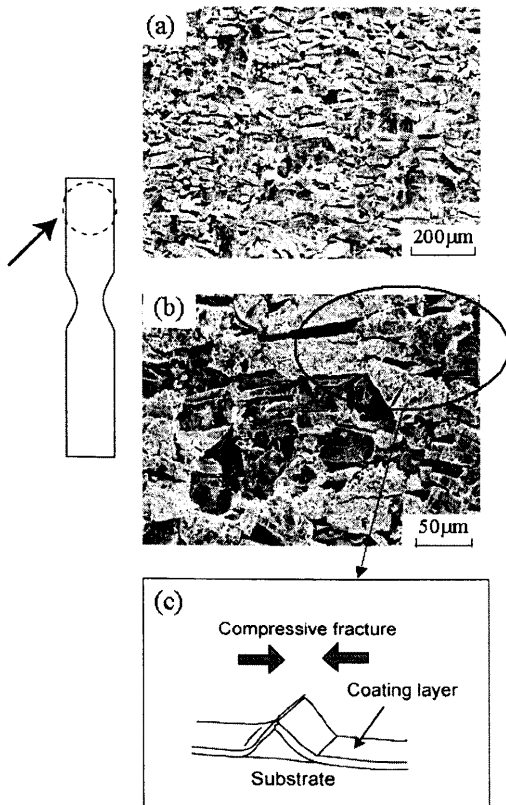


Fig. 5. Appearance of the galvannealed coating apart from the necked region of the GA steel.

が少ない状態では、コーティング層は完全にははく落せず一部が残り、変形量が増すと残った層がはく落するといえる。

本Fe-Znコーティング層は、最表面の δ 層、中間の δ_1 層、その下の Γ_1 層、基材鋼に接した Γ 層からなる層状構造になっている (Fig. 1)。はく落の原因となる破壊がどの層、

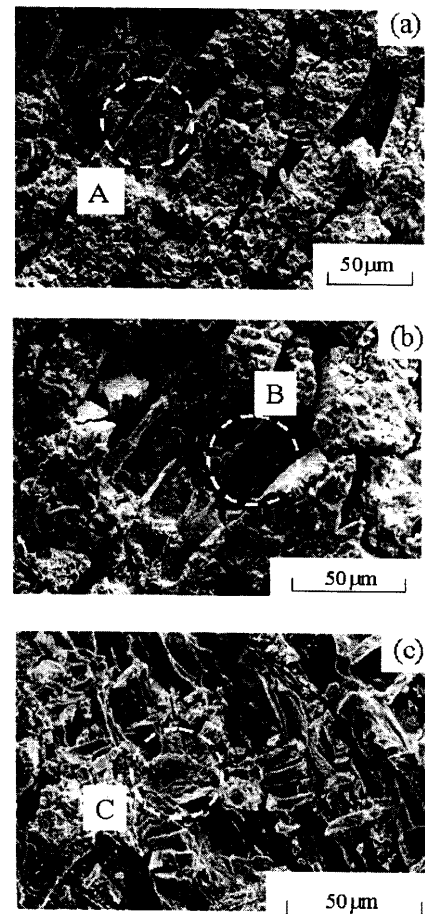


Fig. 6. SEM image of the side surface of the strained GA steel with partially and fully peeled coating. The dotted circles (A, B and C) indicate the regions whose chemical composition was analyzed with EPMA.

Table 1. Results of EPMA analysis and identified exposed layers for the regions A, B and C indicated in Fig. 6.

Analyzed area	Chemical composition (at%)		Exposed layer
	Zn	Fe	
A	88.03	11.97	δ_1
B	2.98	97.02	Substrate
C	80.13	19.87	Γ_1

あるいはどの層と層の界面で生じたかを調べるため、破面の微視的観察とはく落で露出した層のEPMA解析を行った。破面例と分析を行った箇所 (A, B, C: 点線で囲んでいる) を Fig. 6に、組成分析結果を Table 1に示す。A, B, Cでは、はく落後暴露された層は、 δ_1 層、基材、 Γ_1 層と特定された。なお、Cでは暴露層の候補として、 Γ_1 層と Γ 層があるが、以下の理由により、 Γ 層ではなく、 Γ_1 層と判断した。 Γ 層は Γ 相、 Γ_1 層は δ_1 および Γ_1 相 (Fig. 1) からなっている。 δ_1 、 Γ_1 、 Γ 相の鉄原子組成はそれぞれ、8.5~13.0、18.5~23.5、24.0~31.0 at% である²⁷⁾。もし Γ 層が露出しているとすると、この層は薄いのでEPMAによる測定では基

材鋼の影響を受けて Γ 相自体の鉄原子組成より高い値となるはずである。しかし、鉄原子組成の測定値19.9 at%は Γ 相自体のそれ(24.0~31.0 at%)よりも低い。したがって、 Γ 層が露出しているとはいえない。測定値を説明出来るのは露出層が Γ_1 層の場合だけである。なお、鉄原子組成の測定値19.9 at%は Γ_1 相に相当するが、側定値には鉄原子組成の少ない δ_1 相と多い下方の Γ 相の影響も含まれており、 Γ_1 相のみが露出しているとはいえない。

(A)では、 δ_1 層が露出していることから、 ξ - δ_1 界面または δ_1 層内が破壊場所の候補に挙げられる。しかし、 ξ - δ_1 界面でははく離は報告例が無く、 δ_1 層内で破壊していると考えられる。実際にこれまでの報告でも δ_1 層内での破壊が観察されている¹⁴⁻¹⁶⁾。この場合の破壊ははく落が生じることから、引張軸にほぼ平行(基材鋼表面にほぼ平行)に生じる、すなわち、モードII的な破壊が生じていることになる。 δ_1 層内には製造時に入ったポイド・クラックが存在する^{14,16)}。多重破断時には、これら欠陥が主な基点となってモードI、部分的には混合モードで δ_1 層破壊を生じると考えられる¹⁴⁾。本試料では、最初モードIあるいは混合モードで入ったクラックが既存の欠陥とぶつかり、そこで偏向した可能性が高いと考えられる。

(B)では、基材が露出していることから、 Γ -基材界面ではく離が生じている。

(C)では、上記のように Γ_1 層が露出している。 Γ_1 層中の Γ_1 相がピラミッド状に成長する¹⁴⁾こと、 Γ_1 層は極めて薄いこと、EPMAで測定した鉄原子組成が高いことから、 Γ_1 - Γ 界面近傍の Γ_1 層内でモードII的な破壊が生じたと考えられる。

3.3.2 モードII破壊要件

Fig. 7のように、材料Aにクラックが形成されると、その後は、材料Aのクラックが材料Bに進展する場合(モードI的破壊)とA-B界面がはく離する場合(モードII的破壊)がある。どちらが生じるかの基準については、詳しく解析されており、材料BのモードI破壊の臨界エネルギー解放率を $G_{c,B}$ 、界面のモードIIタイプ破壊のそれを $G_{c,i}$ とすると、広い範囲のA、Bの弾性率・体積率の組み合わせで、 $G_{c,i}$ が $G_{c,B}$ の0.25~0.33倍以上ではクラックの進展(モードI的破壊)が生じ、以下では界面はく離(モードII的破壊)が生じることが明らかにされている²⁸⁻³⁰⁾。今仮に材料BのモードI破壊靱性(臨界応力拡大係数)が δ_1 層程度($K_{Ic}=2\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)¹³⁾であるとすると、臨界エネルギー解放率 $G_{c,B}$ は $K_{Ic}^2=E_B G_{c,B}$ (E_B はBのヤング率、ここでは δ_1 層の140 GPa³¹⁾を用いる)より、約30 J/m²となる。したがって、 $G_{c,i}$ が7.5~10 J/m²以上であればクラックはBに進展し、以下であれば界面はく離が生じることになる。 Γ_1 および Γ 層の破壊靱性値は文献調査では見つからなかったが、桁違いに異なることは無いと考えられる。この破壊基準をベースにすると、本材料で観察された δ_1 層内、 Γ_1 - Γ 界面近傍

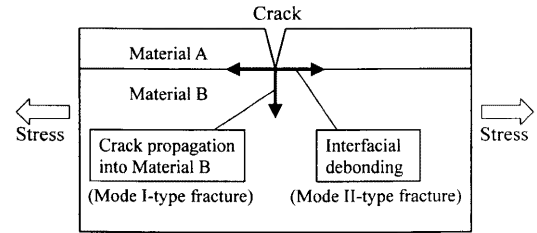


Fig. 7. Schematic representation of (a) mode I-type crack extension and (b) mode II-type interfacial debonding in the composite composed of a cracked material A and a non-cracked material B.

の Γ_1 層内、および Γ -基材界面のモードII的な破壊について、以下の情報が得られる。

(1) 上記の議論ではA、Bを区別しているが、A、Bが同じ物性定数を持っている場合も含まれている。したがって、Fig. 7の材料がBのみで構成されており、Bの一部にAに相当するクラックが存在するとしても同じ結論になる。本実験で観察した δ_1 層内および Γ_1 - Γ 界面近傍の Γ_1 層内でモードII的な破壊が生じていることは、該当部のモードII破壊の臨界エネルギー解放率がおおよそ7.5~10 J/m²以下と低いことを示唆している。

(2) クラック先端が基材に到達すると、Fig. 7の材料Bは基材鋼となる。基材鋼の破壊靱性(K_{Ic})を40 MPa \cdot m^{1/2}、クラックサイズ c を10 μ m(コーティング全厚さ)、基材鋼のヤング率 E_B を210 GPa³¹⁾、コーティング層のヤング率 E_A を140 GPa³¹⁾(δ_1 層の値で近似)とすると、クラックが基材鋼に進展する応力 σ は、弾性破壊力学では近似的に、 $\sigma=(1/1.12)(E_B/E_A)^{1/2}K_{Ic}$ ³²⁾で求められる。計算結果は78 GPaと基材鋼の引張強度より遙かに高くなる。この計算結果、および実際にはコーティング層は一部が既にはく落しておりもっと薄い、クラック先端の塑性変形で応力が緩和されるなどより、クラックは基材鋼に進展しないといえる。

(3) 基材のモードI破壊の臨界エネルギー解放率 $G_{c,B}$ は、 $K_{Ic}=40\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ とし、上述の式を適用すると1200 J/m²となる。したがって、界面破壊の臨界エネルギー解放率 $G_{c,i}$ が300~400 J/m²以下であれば界面はく離が生じる。この $G_{c,i}$ の値は、上述の δ_1 層でのモードII的クラック進展の生じる条件(7.5~10 J/m²以下なら生じる)の400倍と高い。つまり、400倍以下なら生じることになり、はく離がいずれはほぼ必然的に生じる力学条件となっている。実験で観察された Γ -基材界面のはく離はそれを裏付けている。

(4) ただし、はく離が生じる応力レベルは $G_{c,i}$ の値が高くなれば高くなる。 Γ -基材界面の結合は電子顕微鏡観察などから強いと考えられ^{16,33)}、はく離は高い負荷応力レベルまで生じないと考えられる。そのため、より低負荷応力で生じるための力学条件を満たす δ_1 層内および Γ_1 - Γ 界面近傍の Γ_1 層内でのモードIIタイプ破壊が、 Γ -基材界面破壊に先駆けて生じ、破壊面より基材鋼側の薄い層が残存

しやすい状況になっているといえる。

3.3.3 コーティング層のパウダリングおよびはく落プロセス

以上の結果および従来の報告を考え合わせると、コーティング層のはく落は、(1)上記(A), (C)のようにコーティング層の一部の層がまずはく落し、その後残存する層がはく落する場合と、(2) (B)のように直接全層がはく落する場合があると考えられる。(1)の場合は、2回にわたるコーティング層の圧縮破壊がパウダリングやはく落の原因となる。(2)の場合は、1回目の圧縮破壊がパウダリングとコーティング層全体のはく落の原因となる。

本研究では、両方の場合が混在していたが、統計的には、(1)の場合が大半であった。そこで、上記(1)の場合について、残存する層が破壊・はく離するプロセスをSEM観察で調べた。その結果の一例をFig. 8に示す。この例では、露出層は Γ_1 層であった。(a)において、注目すべき箇所を破線で囲んだ。(b)はその拡大図である。残存層が幅方向にバックリングで圧縮破壊している。これと同様の破壊形態は、3.3で述べた $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 複合線材の引張試験後の表面観察においても観察されている(Fig. 2)。このような圧縮破壊過程で $\Gamma_1+\Gamma$ 層は上に盛り上がる。このとき Γ -基材界面も損傷を受け、最終的にはく落して基材表面が露出するようになると思われる。また盛り上がりの頂点近傍では突き合わせ状態となり、それによりパウダリングを起こしている。

以上の結果より、本材料のコーティング層のパウダリングおよびはく落の大部分は、2回にわたるコーティング層の圧縮破壊が誘発していると結論される。そのプロセスは、

変形量が増加するに従い、コーティング層の引張軸に垂直な多重破断→コーティング層の一回目の幅方向への圧縮破壊とそれに伴うパウダリングならびに δ_1 層内および $\Gamma_1-\Gamma$ 界面近傍での Γ_1 層のモードII的破壊→表層部のはく落→残存層($\Gamma_1+\Gamma$ 層, $\delta_1+\Gamma_1+\Gamma$ 層)の幅方向への圧縮破壊と

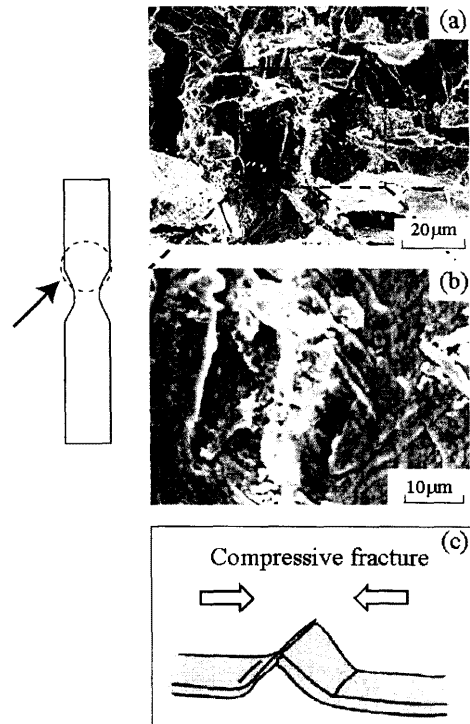


Fig. 8. Compressive fracture of the thin layer that remained after peeling off of the upper layer due to the mode II-type fracture in the Γ_1 layer near the $\Gamma_1-\Gamma$ interface.

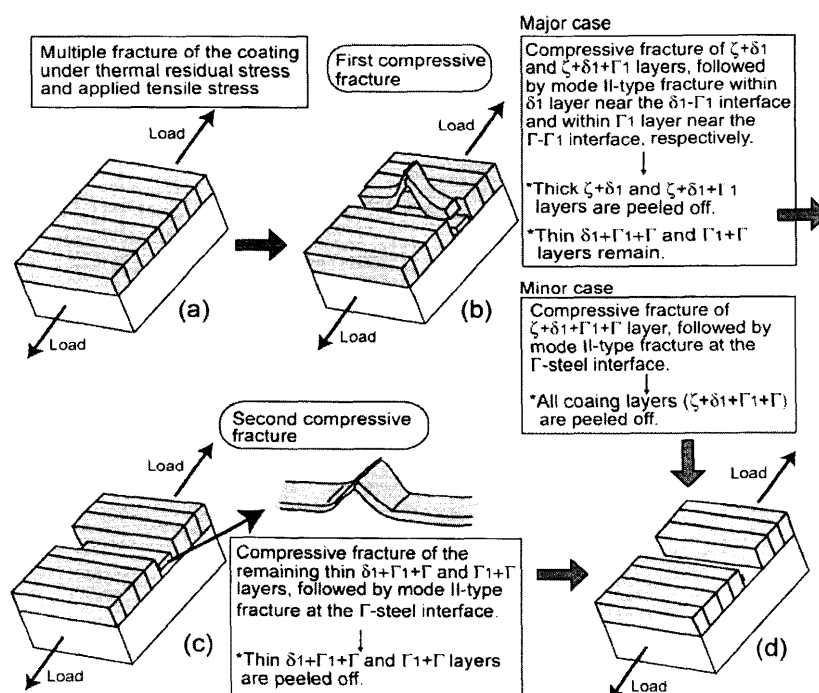


Fig. 9. Schematic representation of the fracture and peeling-off process of the galvanized coating.

それに伴うパウダリングならびに Γ -基材界面のはく離→残存層はく落と進む。Fig. 9にはく落の進む様相を模式的に示す。ここでは、圧縮破壊としてバックリングを代表的に示しているが、ウエッジングももちろん生じる。

4. 結論

(1) 引張負荷後の破面観察結果より、Fe-Znコーティング層の破壊およびはく落は以下のプロセスで生じる。

- (a) コーティング層全体がまず引張軸に垂直方向に多重破断する。
- (b) その後、コーティング層の試料幅方向の圧縮破壊により、パウダリングおよびはく落が生じる。(i) Γ -基材界面のはく離により、コーティング層全体のはく落が生じる場合と、(ii) δ_1 相内でのき裂進展による表層部 $\xi+\delta_1$ 層のはく落または Γ_1 - Γ 界面近傍の Γ_1 層内のき裂進展による表層部 $\xi+\delta_1+\Gamma_1$ 層のはく落が生じる場合がある。本試料では、(ii)が大半であった。
- (c) (b)-(ii)で基材表面に残存した層($\Gamma_1+\delta_1+\Gamma$, $\Gamma_1+\Gamma$)は、さらに応力が加わると、幅方向の圧縮応力で盛り上がり、 Γ -基材界面ではく離が生じる。この過程で、残存層は破壊し、盛り上がり上部で突き合わせ状態となってパウダリングを生じる。
- (d) 以上のように本材料のコーティング層のパウダリングおよびはく落プロセスは2回にわたるコーティング層の圧縮破壊によって誘発されるのが特徴である。

(2) 比較材としての $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 複合線材の Al_2O_3 コーティング層の破壊・はく離挙動観察・解析から、コーティング層はまず引張軸に垂直に多重破断し、その後、(i)薄いときは、コーティング層が円周方向に圧縮破壊、厚いときは界面がはく離すること、(ii)コーティング層の圧縮破壊はバックリング・ウエッジングの形で生じ、コーティング層のはく落の原因となることを示した。

ご支援いただいた日本鉄鋼協会および合金化溶融亜鉛めっき皮膜の構造と特性研究会メンバー各位に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 京野一章：溶融めっきの皮膜構造と特性（日本鉄鋼協会・溶融めっきの皮膜構造と制御技術フォーラム），(2000), 31.
- 2) M.Urai, M.Arimura, M.Terada, M.Yamaguchi, H.Sakai and S.Sakai: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 971.
- 3) S.Fujii and H.Kanai: *CAMP-ISIJ*, **9** (1996), 517.
- 4) T.Nakamori and A.Shibuya: Corrosion Resistant Automotive Sheet Steels, ASM, Metals Park, Ohio, (1988), 135.
- 5) P.L.Lucas, D.Quantin and C.G.Brun: Proc. of Galvatech' 89, ISIJ, Tokyo, (1989), 138.
- 6) M.Urai, M.Terada, M.Yamaguchi and S.Nomura: *CAMP-ISIJ*, **1** (1988), 651.
- 7) M.Sakurai, L.W.Zhang, Y.Tajiri, T.Kondo: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 979.
- 8) J.Kawabe, S.Goto, S.Harada, T.Tanaka, K.Takusari: *Tetsu-to-Hagané*, **69** (1983), 1060.
- 9) M.Arai, T.Nakamori, Y.Adachi and T.Uzuki: *CAMP-ISIJ*, **5** (1992), 1649.
- 10) E.McDevitt, Y.Morimoto and M.Meshii: *CAMP-ISIJ*, **3** (1997), 611.
- 11) M.Urai, J.Iwatani, M.Iwai, M.Arimura: *Kobe Steel Eng. Rep.*, **47** (1997), 29.
- 12) J.Foct: *Scr. Metall. Mater.*, **28** (1993), 127.
- 13) A.Iost and J.Foct: *J. Mater. Sci. Lett.*, **12** (1993), 1340.
- 14) A.T.Alpas and J.Inagaki: *ISIJ Int.*, **40** (2000), 172.
- 15) M.Sakurai, J.Inagaki and A.T.Alpas: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 550.
- 16) E.Tzimas and G.Papadimitriou: *Surf. Coat. Technol.*, **145** (2001), 176.
- 17) 上岐 保：溶融めっきの被膜構造と特性（日本鉄鋼協会・溶融めっきの被膜構造と制御技術フォーラム），(2000), 45.
- 18) 落合庄治郎，富田達也，田中基嗣，北條正樹：日本鉄鋼協会「合金化溶融亜鉛めっき皮膜の構造と特性」中間報告会，(2002), 1.
- 19) A.Kelly and W.R.Tyson: *J. Mech. Phys. Solids*, **13** (1965), 329.
- 20) S.Ochiai and K.Osamura: *Z. Metallkd.*, **77** (1986), 255.
- 21) S.Ochiai, K.Hayashi and K.Osamura: *Metall. Mater. Trans. A*, **25A** (1994), 349.
- 22) P.Feillard, G.Desarmot and J.P.Favre: *Comp. Sci. Tech.*, **50** (1994), 265.
- 23) Y.I.Yilmaz: *J. Compos. Mater.*, **36** (2002), 537.
- 24) S.Ochiai and K.Osamura: *J. Mater. Sci.*, **21** (1986), 2735.
- 25) M.S.Hu and A.G.Evans: *Acta Metall.*, **37** (1989), 917.
- 26) Y.Leterrier, L.Boogh, J.Andersons and J.-A.E.Mason: *J. Polym. Sci., B, Polym. Phys.*, **35** (1997), 1449.
- 27) 大和康：第138・139回西山記念講座，日本鉄鋼協会編，東京，(1985), 15.
- 28) A.G.Evans and F.W.Zok: *J. Mater. Sci.*, **29** (1994), 3857.
- 29) A.G.Evans: *Mater. Sci. Eng. A*, **A143** (1991), 63.
- 30) S.Ochiai, M.Hojo and M.Tanaka: *Composites Part A*, **30** (1999), 451.
- 31) G.Reumont, J.B.Vogt, A.Lost and J.Foct: *Surf. Coat. Technol.*, **139** (2001), 265.
- 32) M.K.Shorshorov, L.M.Ustinov, A.M.Zirlin, V.L.Olefilenko and L.V.Vinogradov: *J. Mater. Sci.*, **14** (1979), 831.
- 33) Y.Adachi and K.Kamei: *Acta Metall. Mater.*, **43** (1995), 3189.