

## Zn-Al 合金の凝固組織形成過程の直接観察に関する研究

新日本製鐵(株)広畑技術研究部 原田 寛、石塚清和、西村一実

大阪大学大学院工学研究科 安田秀幸、柳楽知也

## 1. 緒言

近年、省資源・長寿命化の観点から耐食性に優れた Al 濃度の高い Zn-Al 系や Zn-Al-Mg 系合金を用いた溶融メッキ鋼板が商品化されている。今後、本材料の適用拡大を図っていくためには、品質のさらなる改善を進めていく必要がある。溶融メッキにおいては凝固の均一性が製品の外観性状に大きく影響を及ぼすことになるものの、凝固および組織形成がどのように進展しているかが明らかでなく、その制御は実証的な域を出ない。直近、Yasuda らは SPring-8 の放射光を利用して Sn-Bi 系等での凝固過程を直接観察することに成功している<sup>1)</sup>。そこで、本手法を Zn-Al 系に応用し凝固組織形成過程を直接観察すること、さらに、成分系の違いがどのように凝固組織形成過程に影響を及ぼすかを明らかにすることを目的として実験を行った。

## 2. 実験方法と条件

Fig.1 に実験方法の模式図を示す。BL20B2 の実験ハッチ内に、上流側から X 線シャッター・スリット・直接観察用一方向凝固実験装置・検出器・高速マイクロイメージング装置を設置した。炉内にサンプルを含んだ観察用セルを装入し、サンプルを一旦溶融させた後、所定速度で引き下げ、凝固時の透過 X 線映像を連続して検出器にストアさせた。なお、観察用セルの構成を Fig.2 に模式的に示す。サンプルを 100 $\mu\text{m}$  程度の厚みまで研磨した後、アルミナプレート・石英プレートではさみセルを作製し実験に用いた。サンプルには Fig.3 の Al-Zn 二元系状態図<sup>2)</sup>において、初晶が異なる Zn-5%Al 合金、Zn-10%Al 合金のインゴットを用いた。また、より実際の溶融メッキに近い条件として Zn-10%Al 合金のメッキ鋼板を用いた。

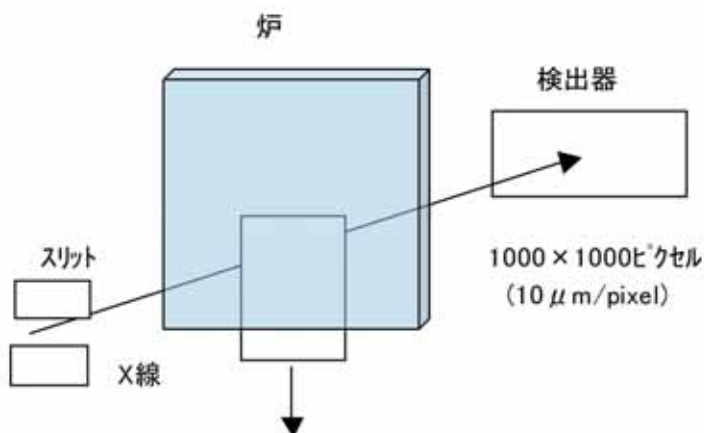


Fig.1 実験方法の模式図

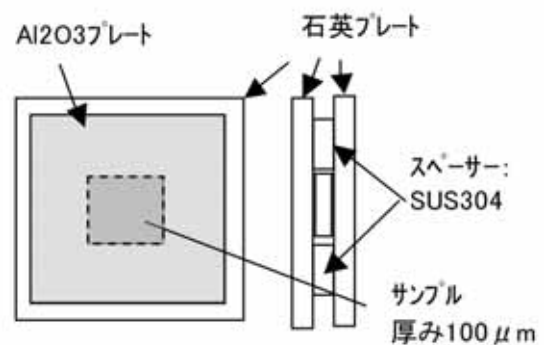


Fig.2 観察用セルの模式図

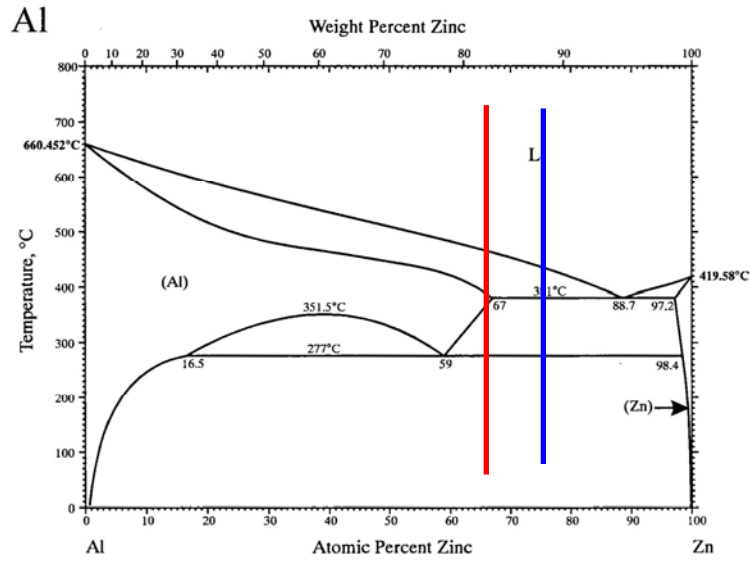


Fig.3 Al-Zn 二元系状態図<sup>2)</sup>

### 3. 実験結果

まず、Zn-Al 合金バルク材の結晶成長過程に及ぼす Al 濃度の影響を調査した。Fig.3 の Zn-Al 二元系状態図において初晶が異なる Zn-10%Al 系、Zn-5%Al 系の 2 条件で実験を行った。結果の一例を Fig.4 に示す。(a) Zn-10%Al 系では Al リッチのデンドライト(白)が六角形状に成長していること、また、固液共存域が広いいため、Al リッチの初晶は様々な形態を呈していることがわかる。一方、(b)Zn-5%Al 系では Zn リッチのデンドライト(黒)が熱流に対して比較的にそろって成長していることがわかる。次に、Zn-10%Al 合金のメッキ板を用いた実験を行い、より実際の溶融メッキに近い条件での実験を行った。この場合、Zn-10%Al バルク材に比べて、より微細な Al リッチの初晶が成長することが観察された。熱的にはバルク材とほぼ同等であるため、鋼板/メッキ層界面が核生成サイトとして寄与している可能性が示唆された。

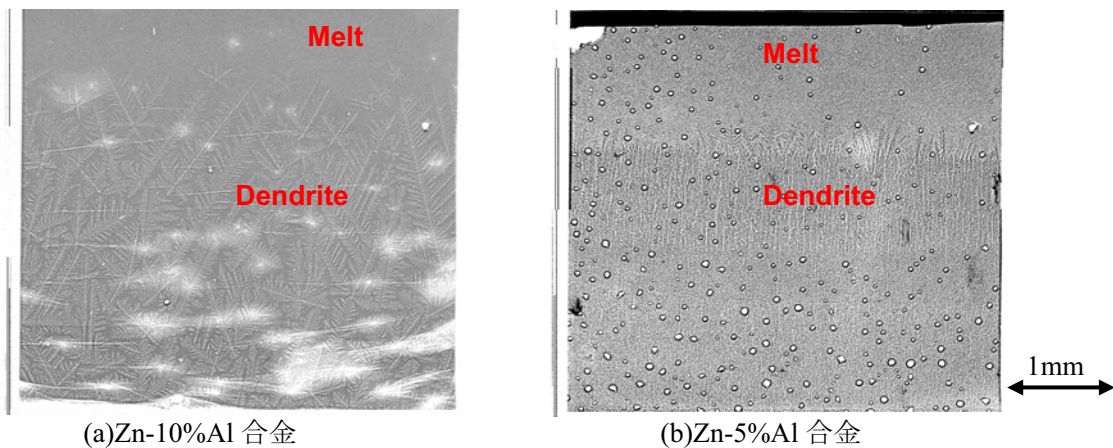


Fig.4 Zn-Al 合金凝固時の透過映像

#### **4. 結言**

放射光を利用した Zn-Al 合金の凝固過程の直接観察実験を行い、結晶成長の過程を明瞭に捉えることに成功した。加えて、Al 濃度の違いによる結晶形態並びに成長挙動の違いや鋼板／メッキ層界面が核生成サイトとして寄与している可能性等、熔融メッキの凝固制御を図る上で重要な知見を得ることができた。

#### **【参考文献】**

- 1) H.Yasuda et al.: Journal of Crystal Growth,262(2004),pp.645-652.
- 2) H.Okamoto: Journal of Phase Equilibria,16(1995),pp.281-282.