ケルビンフォース顕微鏡を用いた ナノ・ミクロスケールでの 鉄鋼材料の腐食起点解析

法政大学大学院 理工学研究科 応用化学専攻 修士1年 所属 明石研究室(無機固体化学研究室)

仮屋園美和

研究背景

2020年10月 政府は2050年までに「カーボンニュートラル」を目指すことを宣言

<u>カーボンニュートラル</u>

: CO₂をはじめとする温室効果ガスの「(人為的)排出量」から、 植林,森林管理などによる「(人為的)吸収量」を差し引いて、 合計を実質的にゼロにすること



引用)環境省ホームページ「カーボンニュートラルとは – 脱炭素ポータル」

「カーボンニュートラル」達成のためには...

温室効果ガスの排出量の削減・吸収作用の保全及び強化が必要





研究背景·目的

車体材料の<mark>軽量化</mark>

解決策

軽量化する手法

車体材料の高強度化

自動車のCO₂排出量抑制

高強度化するほど重量削減効果は大きくなる



高強度鋼の板厚と強度比の関係



高強度化による重量削減効果

引用)齋藤和也, まてりあ, 53, 12, p.584-588(2017).



金属表面は不均一になる



金属表面の不均一化

耐食性低下の懸念

高強度鋼の利用拡大のためには ナノ・ミクロスケールで 不均一化による腐食挙動を理解する 必要がある

研究目的

ナノ・ミクロスケールにおける鉄鋼材料の腐食起点解析を行う ツールとしてケルビンフォース顕微鏡の有用性を検討

鉄鋼材料表面を結露により腐食させる

→ ケルビンフォース顕微鏡(KFM)により<u>腐食起点解析</u>

ケルビンフォース顕微鏡

(KFM: Kelvin Force Microscope)





(AFM5500M)

KFM(AFM)測定のイメージ

引用) 原子間力顕微鏡(AFM):日立ハイテク(hitachi-hightech.com) 参考文献)菅原康弘,野村光,内藤賀公,李艶君;日本顕微鏡学会,47,pp.18-21(2012)

KFM測定

プローブ - 試料間に働く静電気力を検出

プローブ電極を試料表面で走査

試料表面の電位分布をマッピングすることができる

<u>KFM測定結果の一例</u>

試料:Znめっき鋼板のZn部分の一部を酸性溶液で除去したもの KFM測定:ZnとFeの境界部分をKFM測定した

表面電位 Fe > Zn

標準電極電位 Fe > Zn

電位の大小関係は一致していた



形状像



雷位像

実験方法



代表的な金属組織

フェライトパーライト鋼(F/P鋼)

- ・ 以下の3つの視野においてKFM測定を行った
- 各形状像、電位像は全て20 µm×20 µmで測定した
- 各視野のライン上において断面プロファイルを取得

(A)フェライト組織中に介在物が存在

(B)パーライト組織中に介在物が存在

(C)フェライト/パーライト組織・介在物なし





形状像

電位像

視野(A)の測定結果

高

低

貴

卑

- KFM測定結果

(A)フェライト組織中に介在物(B)パーライト組織中に介在物(C)介在物なし



電位像



<u>KFM測定</u> 測定範囲:20 μm×20 μm 走査速度:0.22 Hz



- 腐食試験前、電位差が約40 mV確認された場所付近において3 h結露後に凸部 が生じ広範囲に広がった
- 4 h結露後に凸部は確認できなくなったが凹み部は深くなり、幅は拡大していた

視野(A)の測定結果

- EDS分析結果

EDS(元素分析)

(A)フェライト組織中に介在物

(B)パーライト組織中に介在物 (C)介在物なし

a 10 µm 10 µm ΑΙ 10 µm Mn 10 *µ*m S

腐食試験前

AI、MnSが検出された •

10 µm

腐食試験後

材料の化学的特性評価や元素分析を可能にする分析手法の1つ



AIのみが検出され、MnSは検出されなかった •

視野(A)考察

- 腐食試験前に生じていた電位差は介在物によるもの
- 腐食試験後にMnSが検出されなかった原因として、 形状像に示すように大きく盛り上がった領域が徐々に 平たくなっていること、この盛り上がり部分の電位が 卑であったことからMnSが溶解したことが考えられる



視野(B)の測定結果

- KFM測定結果



KFM測定 測定符用 20 mm

測定範囲:20 µm×20 µm 走査速度:0.22 Hz

- 腐食試験前の形状像の凸部において、電位像では約35 mVの電位差が確認された
- Cに近い方の凸部は結露を経て約400 nm高くなったが広がりは見られず、3.5 h結露後に消滅
- 4 h結露後、凹みは深くなり幅は拡大していた

視野(B)の測定結果 - EDS分析結果

(A)フェライト組織中に介在物 (B)パーライト組織中に介在物 (C)介在物なし

EDS(元素分析)

材料の化学的特性評価や元素分析を可能にする分析手法の1つ



腐食試験後

介在物とみられる元素は検出されなかった

<u>視野(B)考察</u>

- 腐食試験前に生じていた電位差は介在物によるもの •
- 3h結露後に高さを増していた凸部は周囲への広がりを見せること • なく4 h結露後に消滅し、凹みが残った
- 腐食試験後にMnSは検出されなかった •

MnSが溶解し凸部は脱落 パーライトのラメラに阻まれ周囲に 広がらなかったと考えられる

視野(C)の測定結果

- KFM測定結果



<u>KFM測定</u> 測定範囲:20 μm×20 μm 走査速度:0.22 Hz

- 形状像における経時変化は確認できなかった
- 電位像において途中セメンタイト部分に約10mV程度の電位差が生じて いたが、4h結露後には確認できなくなっていた

視野(C)の測定結果 - EDS分析結果

(A)フェライト組織中に介在物

(B)パーライト組織中に介在物

(C)介在物なし

EDS(元素分析)

材料の化学的特性評価や元素分析を可能にする分析手法の1つ



• 介在物とみられる元素は検出されなかった

• 介在物とみられる元素は検出されなかった

<u>視野(C)考察</u>

- 腐食試験前に大きな電位差は確認できず
- 介在物とみられる元素は検出されなかった
- 介在物の存在しない場所では大きな電位変化は確認できなかった
- 腐食とみられるような形状変化は確認できなかった

腐食試験前 大きな電位差が確認できた場所で形状変化

腐食前の電位差:視野(A)40 mV 視野(B)35 mV 視野(C)5 mV

 <u>形状変化の</u>
 (A)フェライト中に介在物 ≧(B)パーライト中に介在物 >>(C)介在物なし
 <u>領域</u>

 大きな電位差が確認できた場所で形状変化が起こりやすい
 <u>介在物</u>が腐食の起点になりやすいことがわかった

測定視野(A)の形状像に示した "←" は介在物であるMnSの溶解がきっかけとなって 生じた凸部であると考えられる

フェライト組織中の介在物はより腐食に影響を与えやすいと考えられる

測定視野(A) 形状像



3.0 h 結露後



3.5 h 結露後



4.0 h 結露後



- ・ 金属組織内の介在物周辺部の電位差はおよそ40 mVである
- 金属組織間の電位差はおよそ5 mVである
- 大きな電位差を示す領域が腐食の起点になりやすい
- ナノ・ミクロスケールでの腐食起点解析に
 ケルビンフォース顕微鏡(KFM)は非常に有用である