

© 1991 ISIJ

論 文

合金化溶融亜鉛めっき鋼板の耐パウダリング性とプレス金型摺動性におよぼす上層 Fe-P めっきの影響

安田 顯*・磯部 誠*・飛山洋一*・大和康二*

Influence of Fe-P Flash Coating on Anti-powdering Property and Friction Behavior of Galvannealed Steel Sheets

Akira YASUDA, Makoto ISOBE, Youichi TOBIYAMA and Koji YAMATO

Synopsis :

Both anti-powdering property and press-formability are the most important performances for the galvannealed steel sheet to be processed into automobile body panels successfully. The press-formability is to be strongly influenced by friction between the coating surface and the press-forming die. Because these properties depend on the coating compositions, it is meaningful to discuss the mutual relationship between these performances either in production of the material or in press-forming. The increase in Fe content of the coating deteriorated the anti-powdering property and decreased the friction resistance. The formation of Γ phase at the interface of the coating and the substrate metal fatally affected the anti-powdering property and the existence of ζ phase on the coating surface increased the friction resistance. In a view point of the Fe content, therefore, the friction property is contrary to the anti-powdering property. When the galvannealed steel sheet was electroplated with Fe-P alloy, the friction property was remarkably improved. The friction property did not influence the delamination of the coating by bending but the amount of the coating peeling off at the shrinking flange in the cylindrical cup forming increased with the decrease of the friction resistance. It is supposed that the decrease in friction resistance increases the compression of material at the shrinking flange and that the compression enhances the delamination of the coating.

Key words : galvannealed steel sheet; powdering; press-formability; friction resistance; Fe-P alloy coating.

1. 緒 言

最近、車体防錆および防食を目的として、合金化溶融亜鉛めっき鋼板が自動車車体パネル材料として多量に使用されるようになった。従来、プレス加工における二、三の問題が該鋼板を自動車車体パネルに適用するのを妨げてきた。第一の問題はプレス加工におけるめっき剥離である¹⁾。合金化溶融亜鉛めっき層は厳しい加工を受けると、いわゆるパウダリングを起こして粉状に剥離し、耐食性の低下を招くのみならず、剥離した粉状のめっき層がピンプル欠陥の原因となることがある。この問題に関して、これまでに耐パウダリング性に優れた合金化溶融亜鉛めっき鋼板を製造するための研究が多くなされてきている^{2)~10)}。

第二の問題は、該鋼板のプレス加工性である。極低炭

素鋼が素地鋼板として広く用いられるようになって、一般の連続式溶融亜鉛めっき製造ラインにおける連続焼鈍型の熱処理でも優れた機械的特性の鋼板が製造し得るようになり、さまざまな複雑な形状をした自動車車体パネルへの適用を意図した合金化溶融亜鉛めっき鋼板が製造されるようになった¹¹⁾。しかし冷延鋼板の場合と異なり、優れた引張試験特性を有する合金化溶融亜鉛めっき鋼板を用いても、期待されるプレス加工性が得られないことがしばしば経験されている。これはめっき層とプレス金型との摩擦抵抗が大きいことに起因していると推定される。

合金化溶融亜鉛めっき鋼板の耐パウダリング性とプレス加工性を個別に論じた報告は多いが、これら二つの問題がプレス加工時に同時に起こる問題であり、いずれもがめっき層の性質に関わるものであることから、本報で

平成元年9月 GALVATECH '89 にて一部発表 平成2年11月19日受付 (Received Nov. 19, 1990)

* 川崎製鉄(株)鉄鋼研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, 1 Kawasakidori Mizushima Kurashiki 712)

は、めっき層中の Fe 含有率を変化させる、あるいは上層に Fe-P めっきを施すことにより摩擦抵抗を変化させた供試材を用いて、その相互関係を検討することを試みた。

2. 実験方法

2.1 供試材

工場の連続式溶融亜鉛めっき設備で製造された板厚 0.7 mm の種々の合金化溶融亜鉛めっき鋼板を実験に供した。これらの鋼板の母材組成は Table 1 に示す範囲にあった。これら鋼板は約 800°C で焼鈍されたが、引張試験特性は Table 2 の範囲で変化していた。めっき付着量は 45 g/m² と 60 g/m² の 2 水準の鋼板を選んだ。また、めっき層中の鉄含有率は 7% から 17% の範囲で意図的に変化させた。これら合金化溶融亜鉛めっき鋼板のうち、一部の鋼板には最大付着量が 7 g/m² の Fe-P 合金を電気めっき法によりめっきした。Fe-P 合金めっきのめっき条件を Table 3 に示す¹²⁾。この条件でめっきした場合の Fe-P 合金めっきには約 0.05% の P が含有されていた。

2.2 パウダリング試験

耐パウダリング性を評価するために曲げ加工試験と円筒深絞り試験を行った。曲げ加工試験方法は、板幅が 40 mm の短冊型試片を曲げ半径 1 mm で 90° に曲げ曲げもどし、加工により剥離しためっき層を、加工部に貼付した粘着テープ上に捕集し、その量を蛍光 X 線分析で Zn として分析し、その単位時間 (s) あたりのカウ

ト数 (単位を cps で表す) で半定量的に評価することによった。

曲げ加工による耐パウダリング試験で、優れた耐パウダリング性を示しためっき付着量 60 g/m² の供試材は、さらに円筒深絞り試験に供された。円筒深絞り試験は 33 mmφ のポンチを用い、しわ押さえ荷重 4.9×10^3 N で、絞り比を 1.80 から 2.42 の範囲で変化させて円筒深絞り成形を行い、限界絞り比を求めるとともに、絞り抜けた試片の円筒側壁部において剥離しためっき層量を加工前後の試片重量差から求めた。剥離しためっき層を確実に試片より除去するために、粘着テープを側壁部に貼付、剥離することにより、剥離しためっき層を試片から脱離せしめた。

また、円筒深絞り成形試験において、絞り抜けた試片の成形高さを測定することにより円筒側壁部の面積を求め、加工前後の面積の変化量をプランクホールド時のしわ押さえ部分 (フランジ部) の面積で除して面積変化率とした。成形高さは側壁部の最大高さと最小高さを測定しその平均値とした。

2.3 摺動性試験

合金化溶融亜鉛めっき鋼板とプレス金型との摩擦による摺動抵抗を評価するために、Fig. 1 に示す引張引抜き試験¹³⁾を行った。幅 20 mm、長さ 300 mm の試片の上端をインストロン型引張試験機に取り付け、試片の下端を球頭状のダイスにより 4.9×10^3 N の荷重で両側より挟みつけ、試片を引き抜く時に必要な荷重を測定した。試片は完全に脱脂した状態と、洗浄油を塗布した状態でそれぞれ試験に供された。引抜き荷重とダイスを押さえる荷重の比を見かけの摩擦係数 (μ) とし、摺動性の指標として用いた。さらに、摺動抵抗がプレス金型ビード部からの鋼板流入挙動に及ぼす影響を検討するために試片を Fig. 2 に示す形状のビード付き U 曲げ成形加工し、プレス加工に必要な荷重を測定した。

Table 1. Chemical composition of the substrate steels (mass %).

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Nb
<0.003	<0.015	0.13 ~0.20	<0.015	<0.015	0.03 ~0.06	<0.008	0.012 ~0.025

Table 2. Mechanical properties of the materials submitted to the experiment.

YS (MPa)	TS (MPa)	El (%)	$\bar{r}$
147~177	284~304	45~51	1.4~2.0

Table 3. Coating conditions of Fe-P alloy.

Component salts	Concentration (kg/m ²)
FeCl ₂ 4H ₂ O	240
KCl	180
NaH ₂ PO ₂	0.2

pH : 2.0 Temperature : 40°C Current density : 4×10^3 A/m²

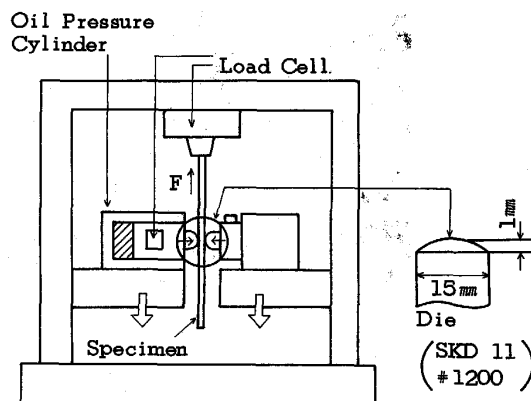


Fig. 1. Method of the drawing-out test.

損傷を受けていることがわかった。引張引抜き試験前の鋼板表面を走査型電子顕微鏡で観察した結果を Photo.

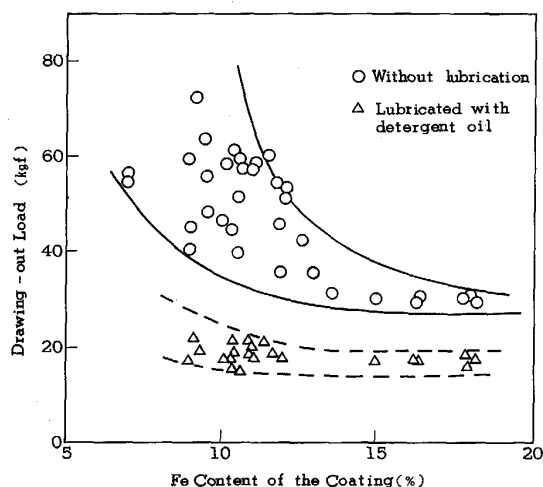


Fig. 4. Influences of Fe content on friction resistance in the drawing-out test.

3 に示す。Fe 含有率が 9% のめっき層表面は δ 相と推定される柱状結晶で覆われていたが、Fe 含有率が 12% では δ_1 相と推定される粒状結晶が表面全体に観察された。表面が、 δ_1 相と比べ軟質な δ 相¹³⁾ に覆われている場合、金型がめっき層を変形させつつ摺動するため引抜き荷重が大きくなったと考えられた¹⁴⁾。

3.2 プレス成形性におよぼす上層 Fe-P めっきの影響

Fe 含有率 9% のめっき層を有する試片に、異なる付着量の Fe-P 合金めっきを施した時の見かけの摩擦係数の変化の一例を Fig. 5 に示す。Fe-P 合金めっきを施すことにより見かけの摩擦係数は低下し、その付着量が 4 g/m^2 以上では完全に脱脂した無潤滑状態であっても約 0.3 で一定となった。すなわち、金型との摺動抵抗が高い低 Fe 含有率のめっき層の摺動性改善に Fe-P 合金めっきが有効であることがわかった。

Fe-P 合金めっきにより摺動性を改善した時の、プレス加工におけるビード部からの鋼板の流入挙動の変化

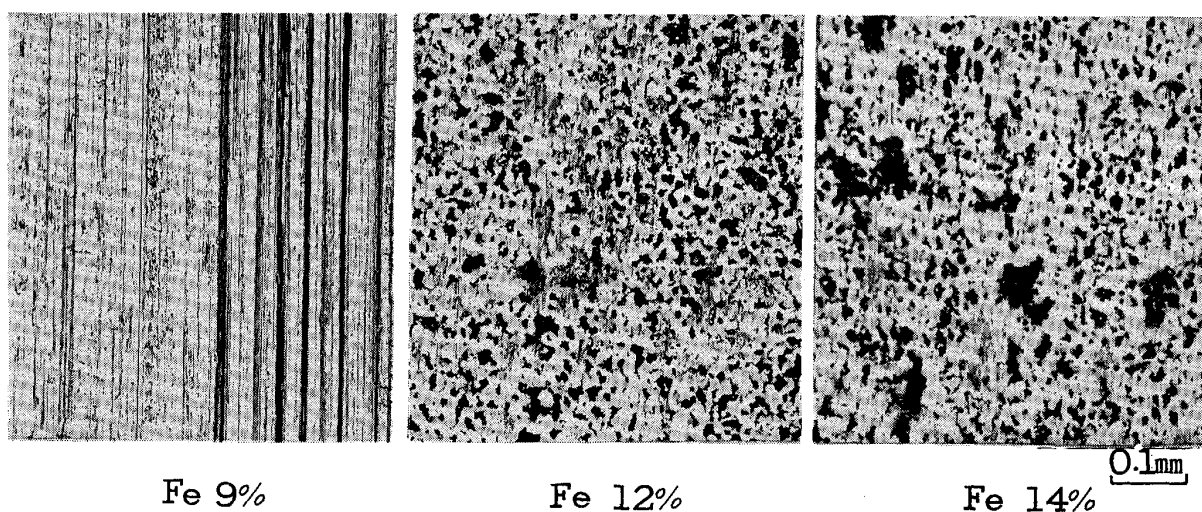


Photo. 2. Surface appearances of the coatings after rubbing by a die in the drawing-out test.

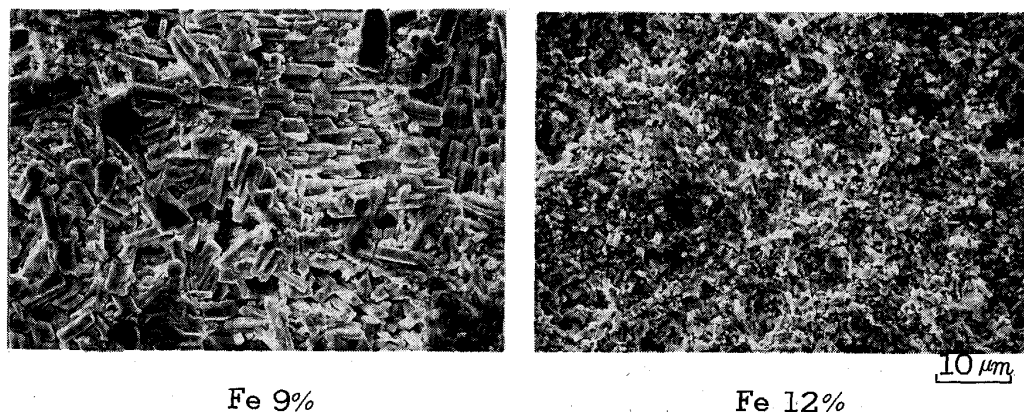


Photo. 3. Surface appearances of galvanized steel sheets of different Fe content.

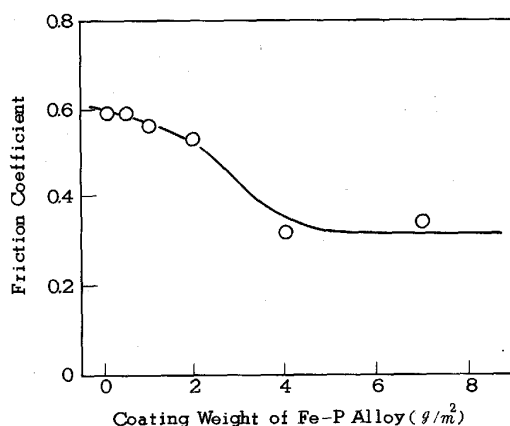
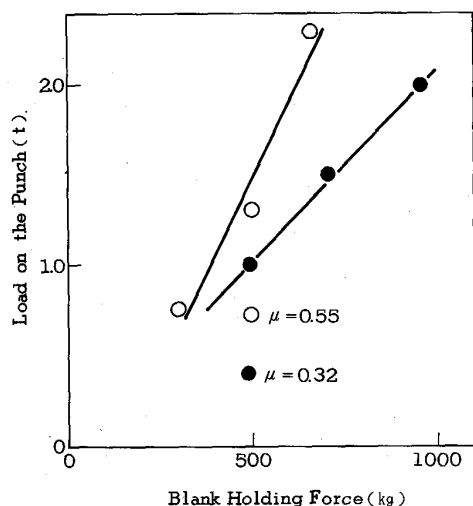


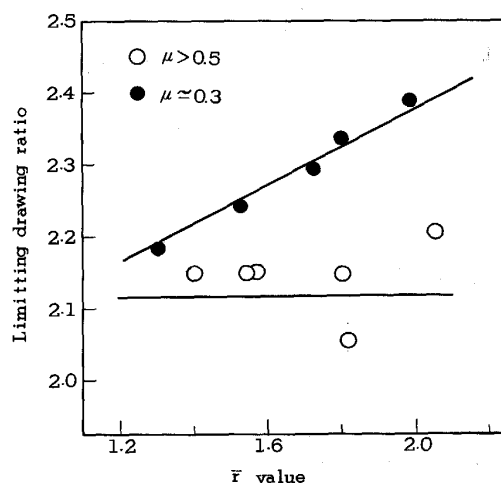
Fig. 5. Effect of Fe-P alloy coating on friction coefficients of galvanized steel sheets.



High μ (○): As galvanized Low μ (●): Fe-P alloy coated
Fig. 6. Dependence of deforming load in the U-bend test on blank holding force and friction coefficient.

を、ビード付き U 曲げ成形した時の成形荷重で評価した結果を Fig. 6 に示す。試片押さえ荷重の増加に伴い成形荷重は増加する。Fe-P 合金めっきを施されず、見かけの摩擦係数が 0.55 と高い試片と比べて、Fe-P 合金めっきを施した試片の成形荷重は、試片押さえ荷重の増加に対して、成形荷重が増加する割合が小さい。すなわち、Fe-P 合金めっきによる見かけの摩擦係数の低減により、プレス加工におけるビード部から側壁部への材料の流入が容易になった。

$\bar{r}$ 値の異なる種々の鋼板のなかから、めっき層中の Fe 含有率がほぼ 9% の合金化溶融亜鉛めっき鋼板を選び、それら鋼板の円筒深絞り成形における限界絞り比を求めた結果を Fig. 7 に示す。図中●印は付着量が 4 g/m² の Fe-P 合金めっきを施された 2 層合金化溶融亜



High μ (○): As galvanized Low μ (●): Fe-P alloy coated
Fig. 7. Effect of Fe-P alloy coating on deep drawability of the galvanized steel sheet.

鉛めっき鋼板であり、その見かけの摩擦係数は約 0.3 であった。また図中、○印は Fe-P 合金めっきのない単層の合金化溶融亜鉛めっき鋼板であり、その見かけの摩擦係数は 0.55 以上であった。見かけの摩擦抵抗が高い単層の合金化溶融亜鉛めっき鋼板は $\bar{r}$ 値が変化しても限界絞り比はほとんど変化しなかった。一方、Fe-P めっきにより見かけの摩擦係数が小さくなっている 2 層合金化溶融亜鉛めっき鋼板は $\bar{r}$ 値の増加に伴って、限界絞り比が改善された。換言すれば、摺動抵抗の大きい合金化溶融亜鉛めっき鋼板の場合、フランジにおける金型との摩擦が鋼板のプレス金型側壁部への流入を抑制することによりプレス成形性が支配されるため、単に機械的性質を改善するだけでは深絞り成形性は向上しなかった。素地鋼板の優れた機械的性質を実際のプレス成形で効果的に活かすためには、鋼板の金型摺動性の改善が必要である。金型摺動性改善の一つの方法として、表面に Fe-P 合金めっきを施し 2 層めっきとすることが有効であった。

3.3 プレス成形におけるめっき剝離におよぼす摺動性の影響

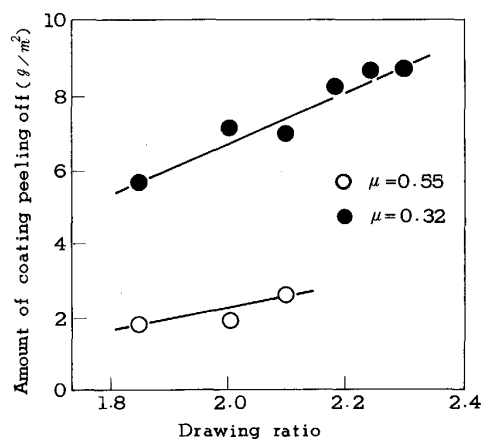
めっき付着量 60 g/m² の合金化溶融亜鉛めっき鋼板を円筒深絞り成形し、絞り抜けした試片のめっき剝離量が絞り比により変化した例を Fig. 8 に示す。見かけの摩擦係数が低い供試鋼は 4 g/m² の Fe-P 合金めっきを施された 2 層合金化溶融亜鉛めっき鋼板であり、高摩擦係数のものは単層の合金化溶融亜鉛めっき鋼板である。これら供試材の、曲げ加工による耐パウダリング性試験の評価はそれぞれ 1000、および 1200 cps で、ほぼ同等の耐パウダリング性を示した。円筒深絞り成形の絞り

比が大きくなるのにしたが、めっき剥離量は多くなるが、摩擦係数の小さい2層合金化溶融亜鉛めっき鋼板のほうが剥離量が多い。

Photo. 4 に曲げ加工における加工部、あるいは円筒深絞り加工の側壁部で剥離し、粘着テープ上に捕集された、これら供試材のめっき層の剥離片の外観を走査型電子顕微鏡で観察した結果を示す。曲げ加工による剥離片は量的にも、形状的にも両試片間で大きな差異はないが、円筒深絞り成形では、摩擦係数の小さい2層めっき鋼板

の方が、剥離片の量が多く、また、粗大な剥離片が観察された。

フランジ部における材料とプレス金型の摩擦が円筒深絞り成形におけるフランジ部の面積変化におよぼす影響を絞り比が2.0の場合を例にとり Fig. 9 に示す。これらの試片は0~4 g/m²の範囲でFe-P めっきの付着量が変化した結果、摩擦係数が変化した。摩擦係数の増加に伴いフランジ部の面積変化率は増加する。円筒深絞り成形では、面積変化率は円周方向の縮み変形量によらず、



High μ (○): As galvanized Low μ (●): Fe-P alloy coated
Fig. 8. Change in delamination of the coating by a decrease of the friction coefficient in the cylindrical cup forming test.

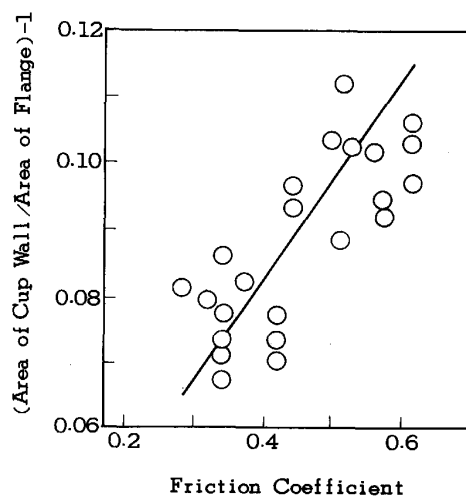
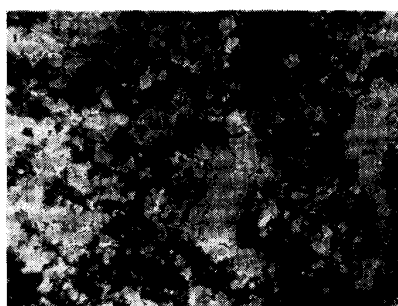
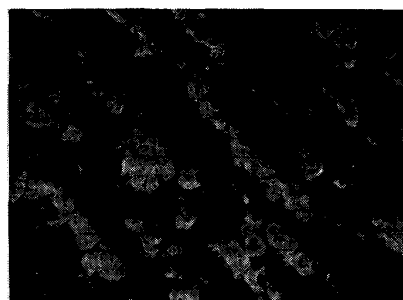


Fig. 9. Influence of friction coefficient on deforming mode in the cylindrical cup forming test.

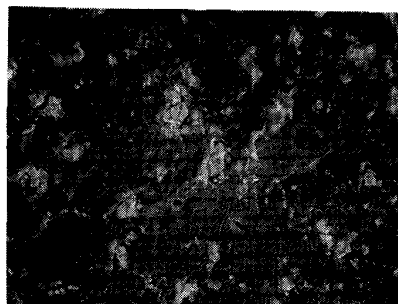
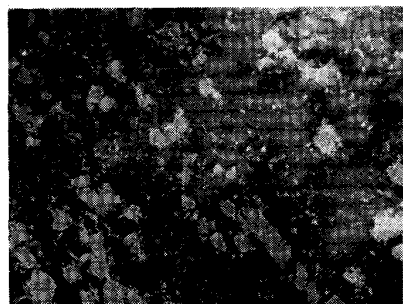
A. Bending test

B. Cylindrical cup forming test

$\mu = 0.32$



$\mu = 0.55$



0.1 mm

Photo. 4. The coating peeling off by the bending test and the cylindrical cup forming test.

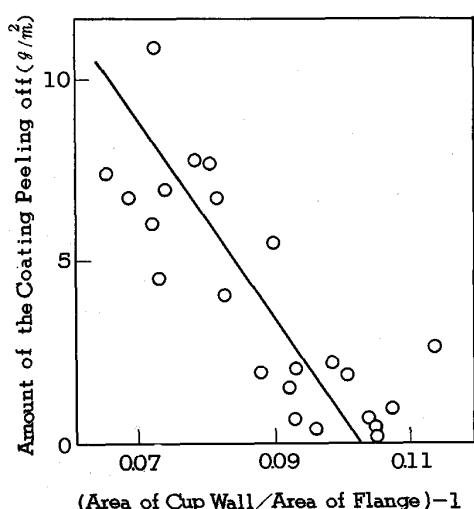


Fig. 10. Influence of deforming mode in cylindrical cup forming on delamination of the galvanized coating.

直径方向の伸び変形に依存する。したがって、摩擦係数の増加に伴い直径方向の伸び変形量が増加したといえる。

Fig. 10 に、Fig. 9 に示した試片の円筒深絞り成形時のめっき剥離量と面積変化率の関係を示す。面積変化率の増加とともにめっき剥離量は減少した。すなわち、Fe-P めっきの付着量が少なく摩擦係数が高いためにフランジ部が直径方向に伸びて、大きな面積変化率を示す供試材の方がめっき層は剥離しにくかった。

4. 考 察

4.1 耐パウダリング性とプレス成形性

すでに報告されている結果³⁾⁴⁾と同様に、耐パウダリング性が優れた合金化溶融亜鉛めっき鋼板を製造するためには、めっき層中の Fe 含有率を比較的強く抑制する必要があることが確かめられた。さらに、良好な耐パウダリング性を有する合金化溶融亜鉛めっき鋼板は、低 Fe 含有率とする結果、表面が軟質で融点が高いと相で覆われているため、プレス金型との摩擦抵抗が大きくなることが示唆された。プレス金型摺動性は素地鋼板の機械的性質以上にプレス成形性を支配する場合がある。例えば、金型摺動性が低い単層の合金化溶融亜鉛めっき鋼板の場合、鋼板の $\bar{r}$ 値が改善されても円筒深絞り成形における限界絞り比は改善されなかった。これは低 Fe 含有率のめっきでは、金型との摺動により損傷を受けたり、あるいは金型に凝着しフランジ部での材料の移動を不均一に抑制し、材料に局部的なひずみを生じやすいためであると考えられる。したがって、合金化溶融亜

鉛めっき鋼板の耐パウダリング性とプレス成形性は相反する特性といえる。めっき層の相構成の観点からいえば、良好な耐パウダリング性を確保するためには、めっき-鋼板界面で Γ 相が生成するのを抑制することが重要であり、他方、優れた金型摺動性を得るためにはめっき層表面に存在すると相をできるだけ少なくすることが必要であると考えられる¹⁵⁾¹⁶⁾。

4.2 Fe-P 合金めっきによる金型摺動性改善

合金化溶融亜鉛めっき鋼板に Fe-P 合金めっきを施すことにより、プレス金型摺動性が改善された。Fe-P 合金めっきは合金化溶融亜鉛めっき鋼板のりん酸塩処理性やカチオン電着塗装性を改善することが、既に報告されている¹⁷⁾。Fe-P 合金めっきは、これらの特性に対して、 3 g/m^2 以上の付着量でその効果を発揮するとされている。プレス金型摺動性に関しても、付着量が 3 g/m^2 以上になると見かけの摩擦係数が十分に低い値となった。すなわち、めっき層表面の特性が合金化溶融亜鉛めっきの特性から Fe-P 合金めっきの特性に変化する臨界の目付量が 3 g/m^2 であると推定された。

Fe-P 合金めっきの硬度は HV 25 で約 800 と δ_1 相や δ 相などの合金化溶融亜鉛めっき層を形成する金属間化合物よりも硬質であり、融点も高いことから、金型と凝着を起こしたり、摺動により変形を受けることがなく、見かけの摩擦係数を低減し、ビード通過部やフランジ部における材料の移動を均一にする効果を発揮すると考えられた。したがって、下層の合金化溶融亜鉛めっき層の表面がと相で覆われた場合でも、上層に Fe-P 合金めっきを施し金型摺動性を改善すれば、素地鋼板の機械的性質を十分に発揮せしめることができる。

4.3 金型摺動性と耐パウダリング性

見かけの摩擦係数が異なる材料は、プレス加工時に金型との摺動挙動が変化し、その結果、変形様式も変化する。曲げ加工においては見かけの摩擦抵抗は鋼板の変形に影響しないが、複雑な形状にプレス加工する場合には、フランジ部における摺動抵抗が鋼板の金型への流入を抑制し、その結果、材料の変形様式が変化する。例えば、円筒深絞り成形において見かけの摩擦係数が高い材料は低摩擦係数の材料と比べ、フランジ部での鋼板の移動が抑制され、直径方向の伸びが大きくなる。Fig. 11 に見かけの摩擦係数が異なる材料の、縮みフランジ部における変形挙動を模式的に示す。同じ絞り比で成形する場合、見かけの摩擦係数が高く、直径方向の伸びが大きい変形をする材料では、逆に円周方向の圧縮応力は小さくなる。合金化溶融亜鉛めっき層は引張応力を受けても剥離しにくい、圧縮応力に対しては剥離しやすい。したがって、

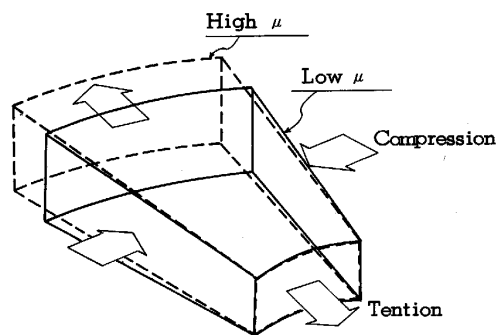


Fig. 11. Conceptual chart comparing deforming modes of the material with different friction coefficient at the shrinking flange.

金型摺動性が良好な材料ではフランジ部での円周方向の圧縮応力が大きくなるため、めっき剝離が亢進すると考えられた。

以上のように加工によるめっき剝離の観点から、Fe-P 合金めっきを施した2層合金化溶融亜鉛めっき鋼板をプレス成形する場合には、その優れた金型摺動性を活かし、かつ、めっき剝離を最小限に抑制するために、しわ押さえ力を成形可能限界まで大きくして、鋼板にかかる圧縮応力を緩和するなど、プレス成形条件の設定にも十分考慮を払う必要がある。

5. 結 言

合金化溶融亜鉛めっき鋼板を製造する際、好適なめっき層中の Fe 含有率を決定する上で、耐パウダリング性と金型摺動性ひいてはプレス成形性は、相反する性質である。また、プレス成形において良好な加工性を得るために、材料の流入を促進すると、縮みフランジ部の圧縮応力が大きくなりパウダリングが起こることから、プレス加工の観点からもこれら両特性は相反する性質であ

る。上層に Fe-P 合金めっきを施し、2層めっき鋼板とすれば耐パウダリング性が優れた合金化溶融亜鉛めっき鋼板の金型摺動性を改善することができる。この金型摺動性に優れた鋼板をプレス加工する際に、パウダリングを抑制するためにはプレス成形性が許す限りしわ押さえ力を大きくして、縮みフランジ部での圧縮応力を緩和することが有効である。

文 献

- 1) 須藤忠三, 中森俊夫, 西原 実: 鉄と鋼, **66** (1980), p. 74
- 2) H. SMITH and W. BATZ: J. Iron Steel Inst., **210** (1972), p. 895
- 3) A. YASUDA, H. KOUMURA, K. YAMATO, K. ONIZAWA and H. OTA: Proc. World Material Congress (Corrosion Resistant Automotive Steel Sheet) ASM-International, Chicago (1988), p. 45
- 4) 徳永良邦, 山田正人, 羽田隆司: 鉄と鋼, **72** (1980), p. 997
- 5) 伊藤武彦, 広瀬祐輔, 公文史城, 長谷川雅史: 日新製鋼技報, **37** (1977), p. 13
- 6) 福塚敏夫, 浦井正章, 若山健司: 神戸製鋼技報, **30** (1980), p. 77
- 7) 高村日出夫, 安田 顕, 大和康二: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 1626
- 8) 戸 元, 山崎恒友, 森田矩夫, 矢部克彦, 板東誠志郎: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 1719
- 9) 浦井正章, 寺田 誠, 山口雅彦, 野村伸吾: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 651
- 10) 中森俊夫, 洪谷敦義: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 655
- 11) 祖式愛和, 鬼沢浩二, 飯田明徳, 金丸辰也, 森田順一: 自動車技術, **42** (1988), p. 767
- 12) T. HONJOU, K. YAMATO, C. KATO and T. ICHIDA: Proc. 2nd IAVD Congress (1985), B26
- 13) T. IMANAKA, T. FUJIWARA, T. FURUBAYASHI, T. OBARA and K. TSUNOYAMA: Proc. 15 th IDDRG Meeting ASM, Detroit (1988), p. 109
- 14) Y. TOKUNAGA and T. HOTTA: J. ISTP, **26** (1985), p. 355
- 15) 沼倉行雄, 中山元宏, 金丸辰也, 梅津祐司, 林 寿雄, 江嶋瑞男: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 1708
- 16) Y. NUMAKURA, T. HONDA and T. HADA: Proc. 2nd Int. Conf. on Zinc Coated Steel Sheet, Rome (1988), SC4
- 17) 黒川重男, 大和康二, 市田敏郎, 祖式愛和, 沼田充弘, 福井 栄: 鉄と鋼, **72** (1986), S1331