

1. 緒言

近年の種々のめっき鋼板の進歩につれて、めっき層中での元素の深さ方向の濃度分布の情報が必要とされてきたが、従来の化学分析手法では、めっき層全体の平均的濃度しか求められず、地鉄の影響を受けない、直接深さ方向の分析が可能である表面分析装置によるめっき層の深さ方向の定量法の確立が要求されてきた。昭和57年秋の講演会において¹⁾、当所の改良型グロー放電分光分析法(GDS)における深さ方向の分解能精度の向上について報告した。今回はその検討結果をもとにして、深さ方向の迅速分析を特徴とするGDSにおいて、めっき層中の元素の濃度分布の定量法の確立を試み、その第一段階として、合金化溶融亜鉛めっきの定量を行ったので、ここに報告する。

2. 実験

GDS等発光分光分析において定量を行う場合、含有量があらかじめ正確に定量されている標準試料が必要となる。その標準試料としてZn-Feインゴットの作製を試みたが均一な試料の作製が不可能であったので、20cm×10cmのCu板上にZn、Feを種々の割合で深さ方向に均一にめっきした試料を作製し、これを原子吸光で測定し、Fe(wt%)とZn-Fe目付量の既知な検量線用試料を作製した。

これらの検量線用試料のDepth profileからFig. 1に示す、強度比 $I_{Fe}/(I_{Fe}+I_{Zn})$ と、スパッタ率 (Zn-Fe 付着量を強度が1/2になるまでのスパッタ時間で割る) を求め、Fig. 2に示す、Fe量変化による定量検量線とスパッタ率の検量線を作成し、定量分析を行った。実際の定量方法としては、沖電気のif800モデル20を用いて、Fe、Znの強度を一定時間間隔で読み込み、強度比を求め、あらかじめ検量線用試料の実測値をもとに最小二乗法で求めた定量検量線に代入し、Fe(wt%)に換算し、この量をスパッタ率検量線に代入し、横軸を目付量に換算することとした。

3. 結果

合金化溶融亜鉛めっきのめっき層の定量分析結果をFig. 3に示す。結果はIMMAとほぼ同等であり、精度的にも信頼でき、めっき層のFe、Zn量を深さ方向分布の定量値と目付量を同時に、しかも迅速に定量する手法が確立されたと考える。

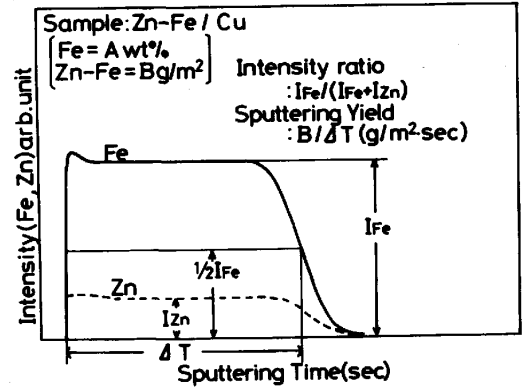


Fig. 1 Parameters for Working Curve

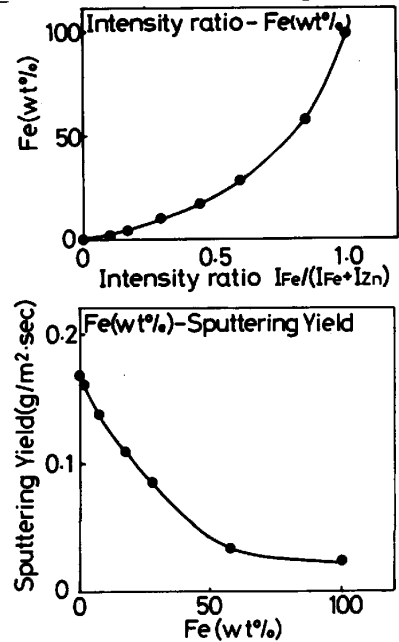


Fig. 2 Working Curve

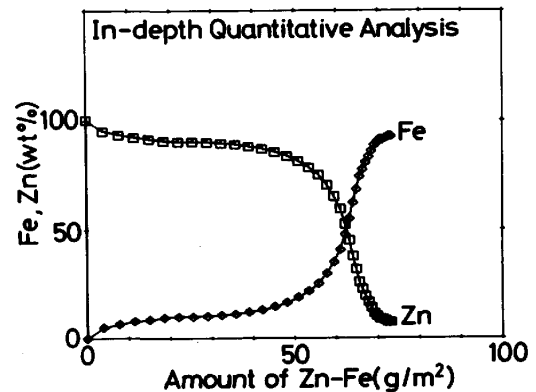


Fig. 3 In-depth quantitative analysis

参考文献: 1) 古主泰子, 大橋善治; 鉄と鋼, 69(1982) S1052