

(322) グロー放電発光分光分析法による Fe-Zn系合金電気めっき層の定量

日本鋼管(株) 福山製鉄所 ○石橋耀一 吉岡豊 石井照明
 俣島津製作所 福井勲 深山隆男

1. 緒言 近年、Fe-Zn系合金電気めっき鋼板の開発が進展している。この合金めっき層の定量については、グロー放電発光分光分析法の適用が製造ラインの管理分析法として迅速かつ有効な手段である。このグロー放電発光分光分析法を用いて、Fe-Zn系合金電気めっき層の付着量および深さ方向の濃度分布に関する定量方法の検討を行なったので報告する。

2. 実験 グロー放電発光分光分析法でFe-Zn系合金電気めっき層の分析を行なう場合、発光強度と濃度の相関をとると、Znについては発光強度とZn濃度とは相関が見られるが、FeについてはFe濃度がある濃度以上になると、Fe原子のスパッタリング効率が低下するために発光強度と濃度とは相関が見られなくなる。この問題を解消するために以下に述べる方法で検討した。Fe-Znの濃度比率および付着量の異なった標準めっき板を用いて、各元素の発光強度の積分値(1式)と各元素の付着量との相関をプロットして、付着量-積分発光強度(2式)の検量線を求める(Fig. 1)。この検量線を用いて、各元素の含有率-付着量のプロファイルおよび含有率-深さ(5式)のプロファイルを求める(Fig. 2)。

Table 1 Analytical condition

Inner diameter of anode	5mm
Ar gas flow rate	150ml/min
Ar gas pressure	16.5Torr
Voltage	900~1300V
Current	50mA
Integration time	100m sec
Total sputtering time	about 40sec
Fe analytical line	259.9nm
Zn analytical line	334.5nm
Entrance slit width	20 μm
Exit slit width	30 μm
Forcal length	1000mm

Table 2 Precision of measurement

Method	Element	Average content %	Repeatability %	CV %
1	Fe	20 ~ 30	0.43	1.6
	Zn	70 ~ 80	1.13	1.5
2	Fe	20 ~ 30	0.50	2.0
	Zn	70 ~ 80	2.34	3.1
3	Fe	20 ~ 30	0.78	3.1
	Zn	70 ~ 80	2.93	3.9

Method 1 : Test for repeatability of one time
 Method 2 : Test for repeatability of every 30min
 Method 3 : Test for repeatability of daily

Each value of repeatability is obtained by analyzing one sample ten times

$$I_i = \int I_i p t \dots \dots \dots (1) \quad I_i : i \text{ 元素の積分強度}$$

$I_i p t$: i 元素のプロファイル積分強度

$$W_i = A I_i^2 + B I_i + C \dots \dots \dots (2)$$

W_i : i 元素の付着量 A, B, C : 検量線定数

$$TW = \sum_i W_i \dots \dots \dots (3) \quad TW : \text{全付着量}$$

$$Q_i = \frac{W_i}{TW} \dots \dots \dots (4) \quad Q_i : i \text{ 元素の含有率}$$

$$D = \frac{TW}{\sum_i \rho_i Q_i} \dots \dots \dots (5)$$

D : めっき層の厚さ

ρ_i : i 元素の比重

実験には島津製作所製の GVM1012 を用いた。

分析条件は表1に示す。

3. Fe-Zn系合金電気めっき層への適用結果

表1の分析条件を用いて、Fe-Zn系2層合金電気めっき鋼板の分析を行なった結果、表2に示す良好な測定精度が得られた。

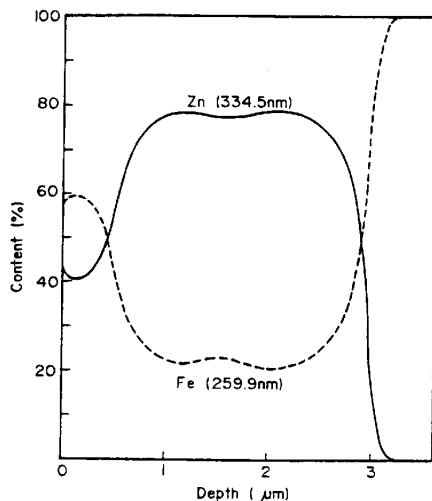


Fig.2 Depth profile of Fe and Zn content in electroplated steel sheets

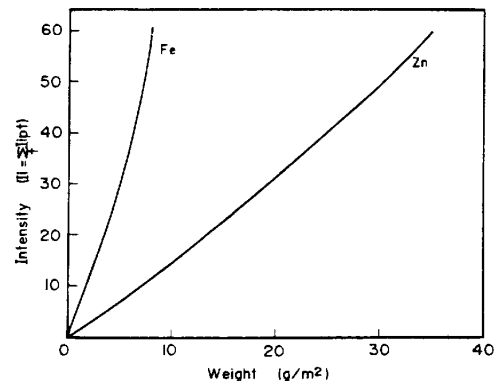


Fig. 1 Relationship between integrated intensity and coating-weight