

(294) イオンマイクロプローブマスアナライザーによるめっき層の分析

川崎製鉄(株)技術研究所 鈴木敏子 角山浩三

1. 緒言 表面処理技術の向上に伴い合金めっき、積層めっき等の開発が盛んであり、めっき層内部や界面における元素の分布を明らかにすることが重要となってきた。イオンマイクロプローブマスアナライザー(以下IMMA)は高感度であるうえに深さ方向の分解能が最も優れており、これらの分析に適している。今回は各種のめっき層を用いてIMMAによる濃度および目付量の定量分析手法を検討した。以下に鉄亜鉛合金電気めっきを例として報告する。

2. 装置および試料 測定に用いた装置はARL社製IMMAである。一次イオンビームは酸素ないし窒素イオン、加速電圧はいずれも20keVである。検量線用の標準試料はCu上に合金めっきし、Fe%および全目付量は原子吸光法により求めた。Fe%は10~80%である。

3. 合金濃度の定量化 IMMAにおける定量分析手法として当社では検量線法を用いている¹⁾。上記標準試料を用いて求めた検量線を図1に示す。横軸は原子濃度比、縦軸は二次イオン強度比である。Fe%の広範囲において良い直線性があり、鉄亜鉛合金電気めっきにおいてはいずれの元素をマトリックスとしてもマトリックス効果が無視できることを示している。

4. 目付量の定量化 深さ方向の分析におけるスパッター速度は、一次ビーム条件の他にターゲットの種類や化学的狀態により変化する²⁾。亜鉛のスパッター速度は鉄に比べて非常に速い。従ってめっき目付量の定量化を行なうためには、合金量の変化に伴うスパッター速度の変化をあらかじめ求めておく必要がある。鉄亜鉛合金電気めっきにおける鉄濃度によるスパッター速度D(Fe)の変化を図2に示す。深さ方向の分析結果においてスパッター時間tを目付量Wに変換する方法は次式で与えられる。

$$W = \sum_{i=1}^N D_i(\text{Fe}) \cdot (t_i - t_{i-1}) \cdot i_p / S$$

ここでNは測定サイクル数、 i_p およびSはそれぞれ一次電流強度およびスパッター面積である。

5. 結果 図3に上記の方法により解析した深さ方向の定量分析結果を示す。化学分析による結果はFe%が14.1、目付量が41.4g/m²であるが、この方法によればめっき層内部の合金元素の濃度分布および目付量が定量化できる。同様な方法で他の合金めっきの解析も可能となった。

参考文献 1). 鈴木, 角山 鉄鋼協会第91回講演大会概要集62, (1976) S260

2). 角山, 鈴木 学振141委員会第37回研究会試料No. 402 (1983)

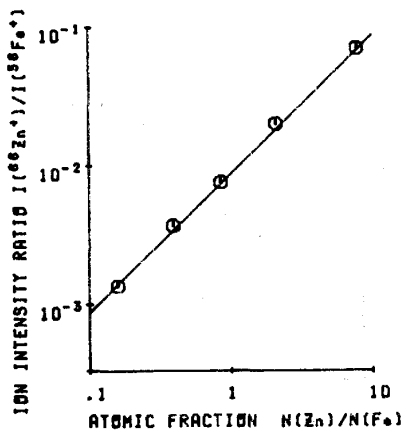


Fig. 1 Working curve of Fe-Zn (O_2^+ 18.5keV)

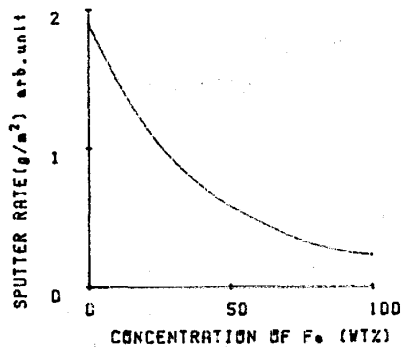


Fig. 2 Relation between Fe% and sputter rate under oxygen bombardment

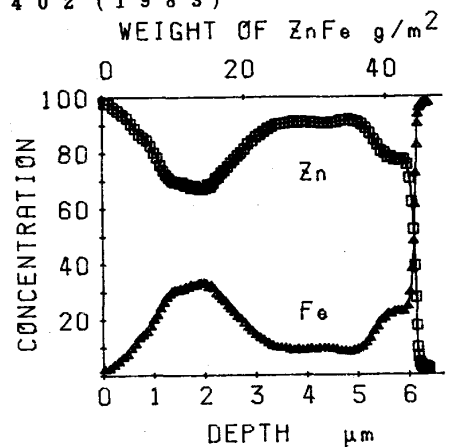


Fig. 3 Quantitative in-depth analysis of FeZn alloy electroplated steel