

(297) 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分析

日本鋼管(株)技術研究所 ○秋吉孝則 岩田英夫 原 富啓
工博 中岡一秀 稲垣淳一 本間俊之

1. 緒言

近年, Fe - Zn 系合金電気めっき鋼板の開発が進んでいるが, この系のめっき層の分析法は従来法では種々問題があり適用が困難である。よって深さ方向分析が可能でスパッタリング速度が大きいグロー放電発光分光分析法の適用を検討したので報告する。

2. 単層低 Fe 含有率 Fe - Zn 系合金電気めっき層への適用結果

表 1 のタイプ A の系のめっき層への適用を検討した。

(1)分析条件: 表 1 のタイプ A にこの系での分析条件を示す。この系では分析条件の設定を若干変化させても, スパッタリング速度が変化しただけで得られる情報は殆ど変わらない。

(2)Fe 含有率測定: 検量線は, 化学分析により組成を求めた電気めっき鋼板を標準試料として用いて作成する。この系では, グロー放電発光強度値として Zn 強度値または Fe 強度の地鉄 Fe 強度との比を用いると良好な結果が得られた。測定精度は, 試料のめっきムラの影響も含めて 5%程度であり, 分析法の精度としては CV 値 2~3%程度と推定されるが, 相(phase)の影響を受けるため正確さは悪くなる。

3. 二層 Fe - Zn 系合金電気めっき層への適用結果

表 1 のタイプ B の系への適用を検討した。

(1)分析条件: スパッタリングの均一性を上げるため, 表 1 のタイプ B の条件を採用した。

(2)Fe 含有率測定: 高 Fe 含有率ではスパッタリング速度が落ちて Fe のスパッタリング総量がかえって減るため, Fe 強度では検量線が得られない。よって Zn 強度によって Zn 含有率から逆算して求めることとした。Fe 含有率の深さ方向分析パターンを図 1 に示す。この系での Fe 含有率測定精度は上層で CV 値 2%程度, 下層で CV 値 5%程度であり, 単層系で作成した検量線をそのまま適用できる。

(3)めっき付着量測定: 付着量測定法としては, 深さ方向分析パターンの各層の強度の中間値までのスパッタリング時間と各層の Fe 含有率のスパッタリング速度より求める。測定精度は上下層とも CV 値 5%程度であるが, 下層は単層で求めたスパッタリング速度をそのまま適用できるのに対し, 上層は低値傾向となり, 別途スパッタリング速度を求める必要がある。

Table 1 Analytical conditions

Characteristics of deposits	layer	Type A	Type B	
		single	Double	
			upper	lower
Fe content		< 30%	> 40%	< 30%
amount of deposit		> 10g/m ²	≤ 5g/m ²	> 10g/m ²
Inner diameter of anode		8 mm	4 mm	
Ar flow rate		50ml/min	70 ml/min	
Ar pressure		130 Pa	160 Pa	
Discharge control		V. const	V. const	
Voltage		750 V	650 V	
Current		65 ~ 80 mA	14 ~ 20 mA	
Fe analytical line		259.9 nm	259.9 nm	
Zn analytical line		213.9 nm	213.9 nm	
Integration time		1 sec	1 sec	
measuring interval		1 sec	1 sec	

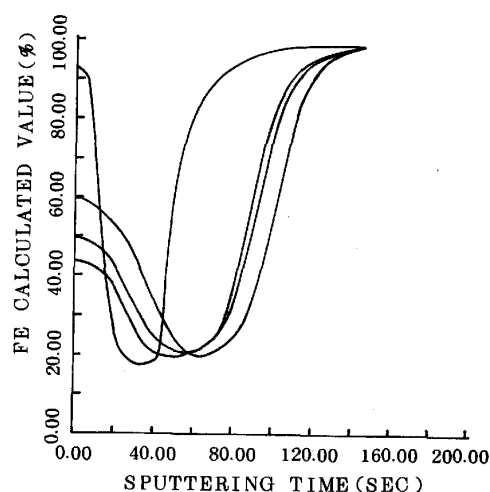


Fig.1 Depth profiles of Fe content in electroplated sheet type B by glow discharge source