

新日本製鐵(株)第一技術研究所 前田 重義 ○山本正弘  
鈴木 堅市

1. 緒言

Davisは、ESCAによりリン酸塩皮膜の分析を行ない、これと耐食性との関連を議論している<sup>1)</sup>。しかしこの方法は1回の測定に時間がかかる欠点がある。GDS(グリムグロー放電分光法)は、深さ方向の元素分析を短時間にでき、リン酸塩皮膜の分析も可能である<sup>2)</sup>。今回は、GDSにより調べた各種表面処理鋼板上に形成したリン酸塩皮膜の特性を示す。

2. 実験

表1に実験に用いた各種表面処理鋼板を示す。リン酸塩処理は、Bt 3030(日本パーライジング社)を用いた。皮膜の組成はGDSによる深さ方向の分析および化学分析により求めた。P/P+HはX線回析より求めた。

Table 1 Tested sheets.

SP	Cold-rolled sheets
Zn-Fe	Zn-Fe electroplated sheets
AS	Galvannealed sheets
GI	Galvanized sheets
EG	Electrogalvanized sheets
Zn-Ni	Zn-Ni electroplated sheets

3. 実験結果と考察

図1はGDSにより求めたSPとGI上のリン酸塩皮膜の深さ方向の組成の変化を示す。リン酸塩皮膜中に含まれる元素がすべて感度よく検出できる。図2、図3はGDSにより得られたPとNiの積分強度と皮膜重量、化学分析値との関係をそれぞれ示す。双方ともに比例関係が成り立つ。リン酸塩皮膜の分析より明らかとなったことは、(1)Niは皮膜中に均一に取り込まれ、その量は1~5%である。(2)Niの取り込まれる量はPhosphophyllite(P)よりHopeite(H)の方が多い。(3)GDSでのスパッタ速度はHがPより大きい。(表2)(4)水素はHでは表面で高く、Pでは皮膜中に均一に分布している。これはHでは、スパッタリングで脱水しやすいためと思われるが、結晶水の存在状態が違っていることも考えられる。(5)GDSでの酸素とリンの強度比はHとPにより異なる。(表2)X線回析の結果からはこのような組成の違いが見られないため、発光収率の違いだと思われる。

このように、GDSによるリン酸塩皮膜の定量分析にはスパッタ速度や発光収率などの補正が必要となる。

Table 2 Sputtering rate and O/P ratio in GDS.

	P/P+H	Sputtering rate(nm/sec)	GDS O/P ratio
SP	98	43	82
Zn-Fe	94	46	75
AS	5	68	39
GI	0	73	44
EG	0	70	48
Zn-Ni	0	75	45

1) J. W. Davis, SAE820336 (1982)

2) R. Berneron, J. C. Charbonnier

Proc. 7th ICVM, 592 (1982) Tokyo

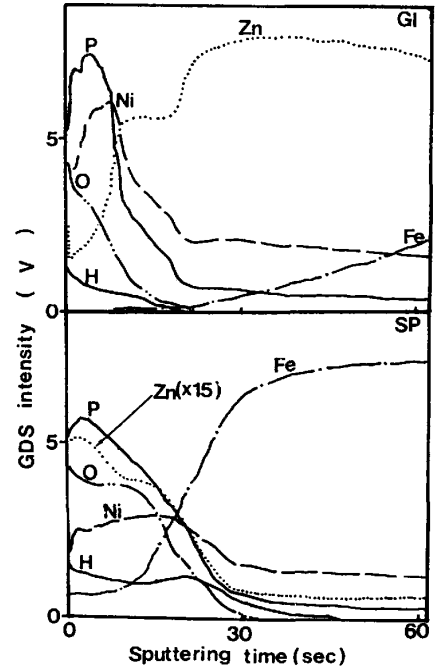


Fig. 1 Depth profiles by GDS (SP&GI).

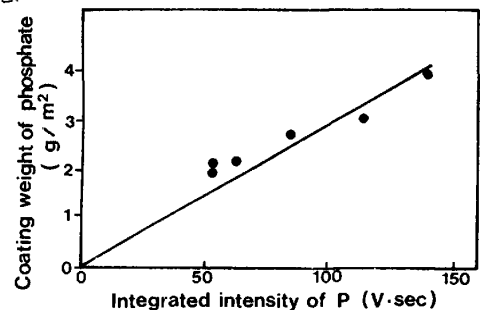


Fig. 2 Relation between integrated intensity of p and coating weight of phosphate.

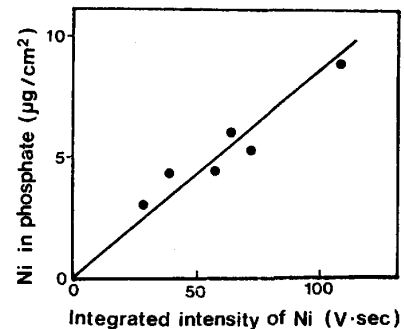


Fig. 3 Relation between integrated intensity of Ni and Ni in phosphate.