

(431) グロー放電発光分光法による Zn-Ni 合金電気めっき鋼板の分析

（株）神戸製鋼所 加古川製鉄所 岩井正敏 ○寺田誠 堺裕彦 野村伸吾

1. 緒言

自動車用防錆鋼板として開発されている合金系あるいは多層めっき鋼板においては、めっき層の構造を詳細に知ることが重要であり、グロー放電発光分光分析法 (GDS) を用いる試みが種々なされている¹⁾²⁾。本報では、GDS による Zn-Ni 合金電気めっき鋼板の付着量、Ni 含有率の定量を検討した。

2. 実験方法

（株）島津製作所製 GVM-1012 を用い、分析線は Zn: 334.5 nm, Ni: 341.4 nm, Fe: 259.9 nm とした。試料は付着量 10 ~ 60 g/m², Ni 含有率 9 ~ 14% の Zn-Ni めっき鋼板を用いた。Zn, Ni 付着量は、原子吸光法による値を標準とした。定量法は、Zn, Ni の発光強度の時間積分値と付着量の相関より検量線を得る光強度積分法を用い、発光強度の積分は Fig. 1 に示す 2 法を比較検討した。

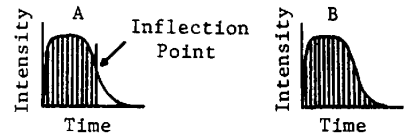


Fig. 1 Integration method of intensity

3. 実験結果

3-1 放電条件の選定

めっき層の深さ方向分解能が良好で、スパッタ速度の速い放電条件を探索した。Zn についての最適範囲を Fig. 2 に示す。電極径 4 mm φ の場合の最適範囲が最も広い。よって放電条件として、電極径: 4 mm φ、放電電流: 30 mA, Ar 圧力: 25 mbar を選定した。

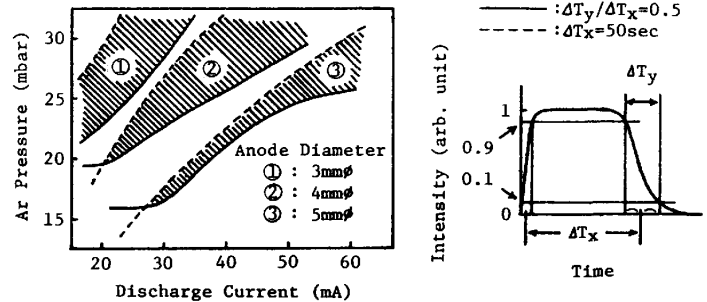


Fig. 2 Optimum range of discharge condition for Zn

Sample: Zn-Ni(11%) 30g/m²

Optimum Range: Resolution in Depth $\Delta T_y / \Delta T_x \leq 0.5$
Discharge Time $\Delta T_x \leq 50$ sec

3-2 検量線作成

実験室材についての Zn の積分強度と付着量の関係を Fig. 3 に示す。これらの関係は 1 次式となり、積分の打ち切りの違いにより、絶対値は異なるが検量線精度の差は認められない。Ni も同様の傾向を示す。

3-3 実ライン材への適用

3-2 の検量線を用いて、実ライン材の分析を行なった。定量精度 (正確さ) σ_d を表 1 に示す。付着量の σ_d は B 法の方が小さくなる。これは、B 法では発光強度の変曲点による打ち切りを行なわないため、原板の粗度などに寄因する発光強度プロファイルの変化の影響を受けにくいためと考えられる。一方 Ni 含有率の σ_d は、Zn と Ni の付着量の比率であるため、A 法、B 法間に差があまり認められない。

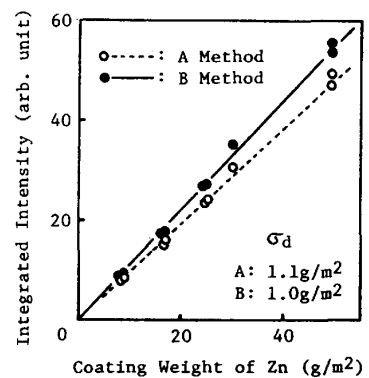


Fig. 3 Relationship between integrated intensity and coating weight

Table 1 Analytical accuracies

Item	Method	A	B
Zn-Ni Coating Weight		2.8g/m ²	1.4g/m ²
Ni Content		0.62%	0.59%

Sample: Zn-Ni(11-12%) 20-40g/m²

文献 1)鈴木, 西坂, 大坪: 鉄と鋼, 70(1984) S 295

2)石橋, 吉岡, 石井, 福井, 深山: 鉄と鋼, 70(1984) S1044