

日新製鋼株式会社 市川研究所

谷崎裕則 大堀 光

竹内 武 出口 武典

1. 緒言

溶融亜鉛めっき鋼板表面には、耐食性向上等の目的でクロメート処理が行われることが多い。本報では、X線光電子分光法(XPS)により、反応型のクロメート皮膜を分析し、皮膜構造について検討を行った。さらに、XPS分析中におけるクロメート皮膜の変質についても調査したので、これを報告する。

2. 試料および実験方法

供試材：実験室又は製造ラインで溶融亜鉛めっきを施した鋼板に、クロメート処理(CrO_3 : 20g/l, Na_2SiF_6 : 1g/l, 50°C, 10sec)を行い、これを供試材とした。

実験方法：装置は、PHI社製555型XPS分析装置を用いた。Arイオンスパッタリングを用い、皮膜の深さ方向の状態を調査した。また、 CrO_3 をArイオンスパッタし、XPS分析中のクロメート皮膜の変質について推定した。比較としてレーザーラマン分光法で大気中での皮膜の分析を行った。

3. 結果および考察

(1)クロメート皮膜のイオンスパッタリング前後での $Cr2p_{3/2}$ の光電子スペクトルをピーク分離すると(Fig.1, Fig.2)、いずれも主成分は、 Cr_2O_3 であり、他にスパッタリング前では CrO_3 が、スパッタリング後では金属Cr成分が分離された。

(2)レーザーラマン分光法による分析結果(Fig.3)から、皮膜は $Cr(OH)_3$ と認められた。また、 $Cr(OH)_3$ 測定時にレーザー出力を上げると、ピークが Cr_2O_3 の位置にシフトしたが、これは、レーザー出力増加による $Cr(OH)_3$ の脱水と推定される。

(3) CrO_3 にArイオンスパッタリングした結果(Fig.4)、低エネルギー側へのピークシフトが認められた。これは、スパッタリングによる CrO_3 の還元と考えられる。Fig.2で金属Crが分離されたのもこの様な現象が原因と推定される。

4. 結言

(1)クロメート皮膜の主成分は $Cr(OH)_3$ でXPSによる Cr_2O_3 の検出は測定時における脱水によるものとも考えられるが、さらに検討が必要である。また、イオンスパッタリング前には CrO_3 が認められた。

(2)イオンスパッタリングはクロメート皮膜を変質させるため、クロメート皮膜の深さ方向の状態分析には留意を要する。

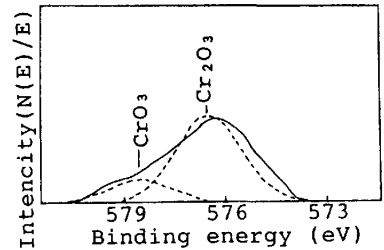


Fig.1 $Cr2p_{3/2}$ photoelectron spectra of chromate film before sputtering

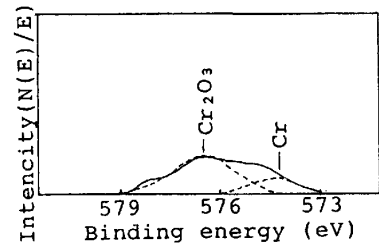


Fig.2 $Cr2p_{3/2}$ photoelectron spectra of chromate film after 8 min sputtering

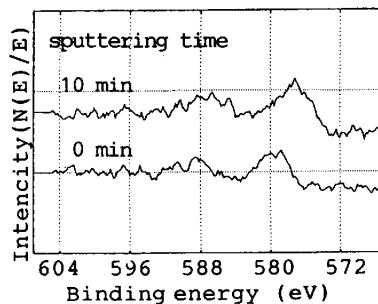


Fig.4 Change in $Cr2p$ photoelectron spectra of CrO_3 by Ar^+ sputtering

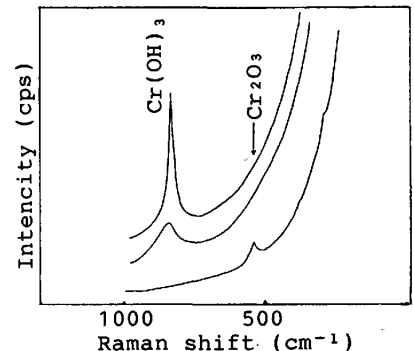


Fig.3 Raman spectra of chromate film and $Cr(OH)_3$