

日新製鋼(株) 市川研究所 ○石田英明 大場 光 出口武典 片山喜一郎
 阪神研究所 橋高敏晴 丁畑和昭

1. 緒言 鋼板をガス還元処理した後に亜鉛めっきを施す製造プロセスにおいては、めっき直前の鋼板表面の化学的性状が種々問題となる。¹⁾これらのうち還元不足あるいは再酸化など鋼板表面のいわゆる酸化に起因する場合において、この酸化状態を分析的に把握するには、鋼板表面が一度大気にさらされることによって生じる自然酸化を避ける必要がある。自然酸化に影響されず真の酸化状態を評価する方法として、真空蒸着亜鉛めっき後の試料に対してオージェ電子分光法(以下AES)による深さ方向の分析を適用して亜鉛と鉄との界面の分析を試みた。この結果、ガス還元処理後からめっきするまでの冷却過程で酸素分圧に依存して生じる鋼板表面の酸化状態を把握することができたので報告する。

2. 実験方法 供試原板として低炭素鋼(0.8mm)を使用し、ガス還元(H₂/N₂=1/1,650°Cx30S)後にいったん1x10⁻²Torrに排気し400°Cまで冷却した。次に、この板温を保ちながら高純度N₂ガス中にO₂を0~50ppmの範囲で混合した1気圧の雰囲気(流量20ℓ/min)に30秒間保持した。再び1x10⁻²Torrに排気し、板温200°Cで亜鉛を蒸着して供試材とした(Table.1)。

分析はPHI 555型AES装置を用い、加速電圧5KV、試料電流2x10⁻⁵Aで行い、また、めっき層のエッチングはAr⁺イオンで電流密度1x10⁻⁵A/cm²、入射角53°、2mmx3mmのラスターで行った。原子濃度の算出にはPHI社の相対感度係数を用いた。

3. 実験結果 ①亜鉛-鉄界面でのO元素の濃度は、めっき前の冷却過程でのO₂濃度に比例して高くなっている。また、O濃度が亜鉛側に比べて鉄側で高くなっているのは、分析時に試料室内(O₂分圧約5x10⁻¹⁰Torr)での再酸化のためと考える(Fig.1)。②Fig.1に示した各々の界面

におけるO濃度曲線と図中点線とで囲まれる面積強度と冷却過程でのO濃度との間には、明瞭な相関関係が認められた(Fig.2)。③OKLLオージェ微分スペクトルの波形から、界面でのOの状態はFe-oxideと推定された(Fig.3)。

4. 結言 真空蒸着亜鉛めっき鋼板の製造過程で生じる鋼板表面のわずかな酸化状態を把握するには、AESで同めっき鋼板を深さ方向にO元素を分析する方法が適当であり、大気酸化の影響をほとんど受けることなく半定量的に測定が可能である。

(参考文献)

1)橋高, 森田, 築地, 内田, 石田; 鉄と鋼 70 (1984) S 1191

Table.1 Samples used in this study

| Sample No. | O contents at the cooling process (PPM) | Coating thickness (um) |
|------------|---|------------------------|
| 1 | 0 | 0.9 |
| 2 | 10 | 0.9 |
| 3 | 25 | 1.0 |
| 4 | 50 | 0.9 |

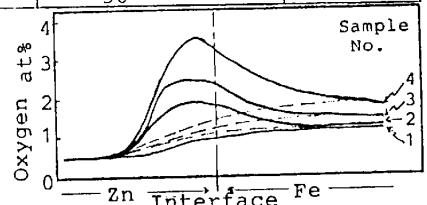


Fig.1 Oxygen atomic concentration in the vicinity of Zn-Fe interface.

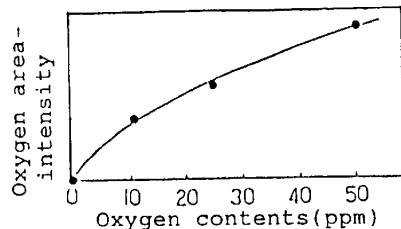


Fig.2 Relationship between oxygen area intensity of Zn-Fe interface by AES and the O contents at the cooling process.

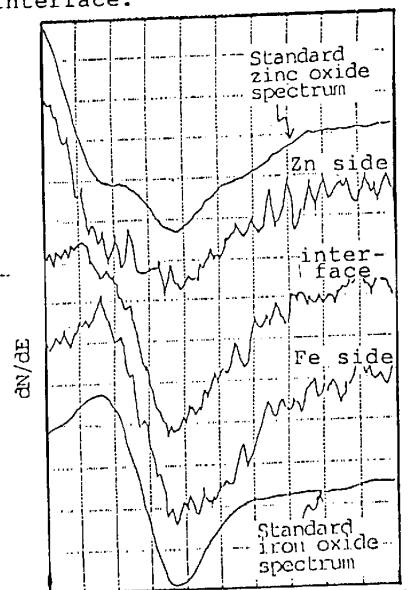


Fig.3 Changes in O KLL auger spectra by sputter through the Zn-Fe interface of zinc deposited steel sheet.