

(430) リン酸塩皮膜のグロー放電発光分光法による定量的分析

日本パーカライジング(株) 技術研究所 ○鈴木正教 小島隆司
 新日本製鐵(株) 分析研究センター 鈴木堅市 西坂孝一
 大坪孝至

1. 緒言

いままでのリン酸塩皮膜の同定・分析法は、XRD・XRF・EPMA・化学分析などが主流であり、表面層より深さ方向分析を行うスパッター分析例は極めて少ない¹⁾。今回、メッキの定量などに応用され比較的厚い表面層の深さ方向分析が容易なグロー放電発光分光法(GDS)を用いて、リン酸塩皮膜の深さ方向分析とその定量的取扱いに関して基礎的な実験を行ったので報告する。

2. 実験

2-1 GDS RSV社製ANALYMAT 2504 分析モード a)定電力 b)定電圧 c)定電流

2-2 試料調整条件

- ・処理時間(秒) 10 30 60 90 120
- ・化成処理液 カチオン成分(Zn, Mn, Ni)を含有するリン酸塩水溶液
- ・化成工程(SPC材, 浸漬法, 浴温45℃)

脱脂-水洗-表面調整-化成処理-水洗-脱イオン水洗-乾燥

3. 実験結果

3-1 GDS最適条件の設定

同一試料について、定電力、定電圧、定電流の各モードで測定した光強度とスパッター時間の関係、および積分強度と処理時間の関係を図1、2に示す。なおデータの再現性は、分析点または分析日時を変えた結果からも良好である。図から明らかのように最も定量性にすぐれているのは、定電圧モードであり、以下の実験にはこれを用いた。

3-2 積分強度と化学分析値の相関性

図3に、3-1で求めた最適条件下で、各元素について良好な相関性が成立することを示す。

3-3 リン酸塩皮膜のスパッター速度の測定

重量減法および焦点深度法よりスパッター速度を求めた。また素地までスパッターした面をSEMにて観察した。冷延板のスパッター面に比べると化成処理板のそれは、凹凸が多く見られ、リン酸塩析出で生じた鋼板のエッチング痕と思われる。

3-4 単位濃度あたりの積分強度

図4は、各元素に関して単位濃度あたりの積分強度が、広い皮膜重量範囲で一定であることを示す。

4. まとめ

一般にリン酸塩皮膜(数μm)は結晶水をもち、ポーラスな構造であり、また非電導性のためAES等一般の表面分析装置で分析するには困難が多い。しかしGDSでは、前記の事項は分析上特に大きな障害とはならず、しかも高感度で短時間の深さ方向分析ができ、更に試料調整条件が異なっても、励起効率は一定の値を示し定量的応用が可能と判断される。

<1) 前田, 山本, 鈴木: 鉄と鋼 70 (1984) S458 >

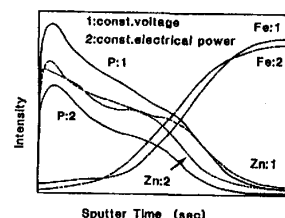


Fig. 1. Depth profiles by GDS

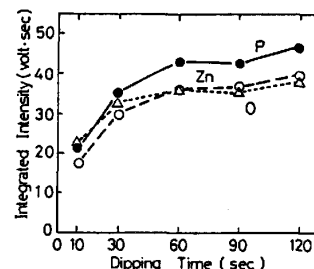


Fig. 2. Relation between integrated intensity and dipping time

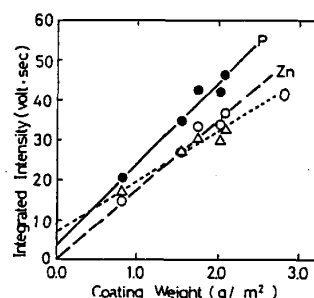


Fig. 3. Correlation between integrated intensity and coating weight

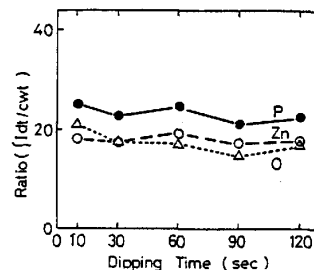


Fig. 4. Correlation between ratio (I/dt/c.w.) and dipping time