

(439) グロー放電発光分光法による種々のリン酸塩皮膜の分析

日本パーカライジング(株) 技術研究所 ○鈴木正教 梅原誠一郎
 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

リン酸塩皮膜(以下皮膜と略称する)のグロー放電発光分光法(GDS)による定量的取扱いについては、前報¹⁾で述べたが、確立した手法によって得られた各種リン酸塩皮膜のディプスプロファイルの比較を報告する。

2. 実験

2-1 GDS RSV社製ANALYMAT2504 定電圧モード

2-2 試料調整条件

- ・素材
- ・処理時間(秒) 10, 30, 60, 90, 120
- ・化成処理液 A, B, C
- ・化成工程(浸漬法, 浴温45℃)

素 材	
1	S P C
2	片面溶融亜鉛メッキ
3	Zn-Ni 片面電気メッキ

化成液組成	
A	Zn, Ni, Mn
B	Zn, Ni
C	Zn,

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

化成処理液Aで処理時間を10~120秒まで変えて調整した皮膜の構造について、以下の項目で調べた。a) SEMによる皮膜外観: 結晶形状およびサイズについて、表面調整液(Tiコロイド液)および化成液組成の影響は明らかである。b) XRDによる皮膜構造: 処理時間に対応した皮膜の成長に伴う結晶構造の変化は見られない。c) GDSによる積分強度-時間曲線: GDSで求めた皮膜構成元素の光強度積分値の処理時間に対応する曲線は、従来法の湿式剝離法またはXRFによるものと同じ曲線が得られた(図-1)。d) GDSによるディプスプロファイル: 深さ方向分析で皮膜中の下記元素について分布を調べた(図-2)。①表調成分のTi, Sは素材と皮膜の界面に存在する。②化成液成分Niは、Ti層上に初期層として濃化分布している。また同じ化成液でのNi付着量は反応初期条件で決まる。③Mnは、リン酸亜鉛皮膜中に全体に分布している。上記c), d)の結果は、素材、化成液を変えても同様なことがいえる。

4. 考察

皮膜形成における各元素の挙動は、上記の知見より次の様に考えられる。表調Tiコロイド粒子は、清浄な鋼板表面に吸着され皮膜析出の核又は種の役割をする。次の化成処理工程では、化成液成分Niは、初期反応でTi核を中心に析出し、皮膜の結晶微細化を促進させて皮膜特性の向上に寄与している。化成Mnは、Ni層上のリン酸亜鉛中に均一に存在している(図-3)。

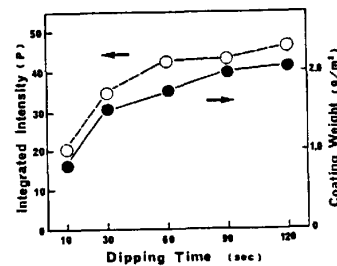


FIG.1. Relation between integrated intensity of GDS and coating weight

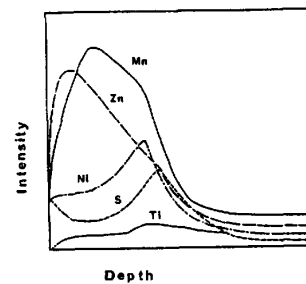


FIG.2. Depth profiles of phosphate film

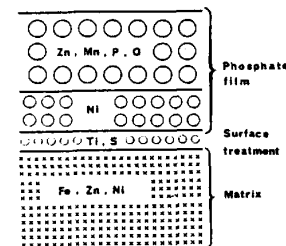


FIG.3. Layer structure model of phosphate film

< 1) 本会講演要旨集 (S) >