

(505) グロー放電発光分光分析法によるZn系合金電気めっき層の定量

日本鋼管(株)福山製鉄所 ○吉岡豊 石橋耀一 佐藤重臣

1. 緒言

近年、自動車用防錆鋼板として、各種Zn系合金電気めっき鋼板の開発・製造が進展している。グロー放電発光分光分析法は、このめっき層の定量のための有効な手段の一つとなっており、製造管理のために適用されている。今回、このグロー放電発光分光分析法を用いて、Zn系合金電気めっき層の深さ方向濃度分布、および、付着量の定量精度向上に関する検討を行なったので報告する。

2. 実験

装置には(株)島津製作所製 GVM-1012型を用い、分析条件は Table 1 に示す通りである。供試料にはZn-Fe系単層めっき鋼板(付着量5-50g/m², Fe濃度7-85wt%)、および、Zn-Ni系単層めっき鋼板(付着量1-20g/m², Ni濃度5-80wt%)を用いた。付着量、および、濃度の標準値は原子吸光法により決定した。

3. 実験結果

1) Zn-Fe系: 各元素の、付着量と積分発光強度の相関は、濃度により層別される (Fig.1参照)。このため、深さ方向濃度分布定量において必要な、単位時間(600 msec)当りの各元素のスパッタ重量定量には、濃度が異なる種々の標準単層めっき鋼板を用いて求めた、単位時間当りの、スパッタ重量と積分発光強度の相関式(多次数)を検量線 (Fig.2参照)として用いることにした。また、各元素の付着量定量には、このスパッタ重量定量値の時間累積値を用いることにした。この結果、従来法¹⁾に比べて定量精度(正確さ)が向上した (Table 2 参照)。

2) Zn-Ni系: 各元素の、付着量と積分発光強度の相関は、濃度により明確に層別されない。このため、単位時間(300 msec)当りのスパッタ重量、および、付着量の定量には、いずれも、従来法の通り、付着量と積分発光強度の相関式(一次式)を検量線として用いることにした。なお、めっき層と地鉄の境界判定には、Zn強度-時間プロファイルの変曲点(A法)を用いるよりも、Zn強度が認められなくなる点(B法)を用いたほうが正確に定量できる²⁾ (Table 3 参照)。

Table 1. Analytical condition

Inner diameter of anode	5 mm
Ar gas pressure	16.5 Torr
Current	50 mA
Fe analytical line	259.9 nm
Zn analytical line	334.5 nm
Ni analytical line	341.5 nm
Integration time (Zn-Fe)	600 msec
Integration time (Zn-Ni)	300 msec

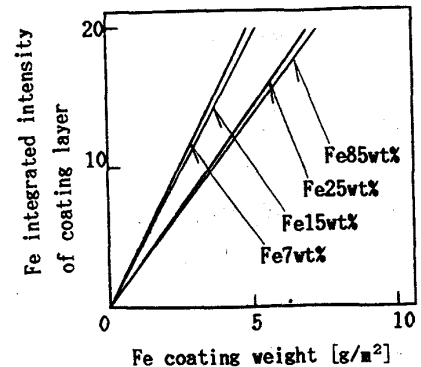


Fig.1. Relation between integrated intensity and coating weight with the influence of Fe contents.

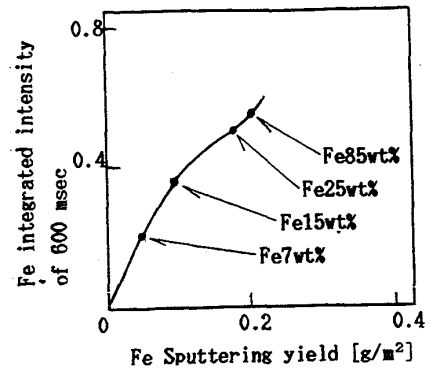


Fig.2. Working curve (Fe).

Table 2. Accuracy (σ_d):Zn-Fe

	Conventional method	This method
Zn coating weight (g/m ²)	3.38	1.60
Fe coating weight (g/m ²)	1.10	0.50

coating weight 5-50g/m² (Fe7-85wt%)

Table 3. Accuracy (σ_d):Zn-Ni

	A method	B method
Zn coating weight (g/m ²)	0.52	0.24
Ni coating weight (g/m ²)	0.12	0.04

coating weight 3-20g/m² (Ni9-15wt%)

<参考文献 1)石橋ら:鉄と鋼,70(1984)S1044 2)岩井ら:鉄と鋼,71(1985)S1215>