

(418) グロー放電発光分光法による Sn めっき層の定量

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○鈴木堅市 , 大坪孝至
株式会社 日鉄テクノリサーチ 森 隆

1. 緒言

めっき鋼板のめっき層や鋼板表面近傍の情報がグロー放電発光分光分析 (GDS) で迅速に得られる。これらの情報を定量化することは表面層の解析上重要である。今回, Sn めっき材について, めっき層の深さ方向分布を定量的濃度と深さに変換する一環として検討を行った。これらの結果について報告する。

2. 実験

2-1 装置: GDS は RSV 社製 ANALYMAT 2504, (Sn(I): 3262.3 Å, Cr(I): 4254.3 Å, Fe(I): 3719.9 Å, Ni(I): 3414.7 Å, アノード径 4 mmφ) を用いた。

2-2 供試料: 試料はクロメート処理した目付量の異なる単層 (Sn) および 2 層 (Sn/Ni) めっきを用いた。

3. 実験結果

3-1 測定条件の設定

同一試料について, グリムランプ内のアルゴンガス圧力と積分強度の関係を定電圧, 定電流の各モードで測定して測定条件を検討した。Ar 圧力の増加とともにめっき成分の発光強度の積分量 (励起効率) も増大するが, 相対励起効率のより安定な (図 1) 定電圧放電 (600 V, 7.2 Torr) で以下の実験を行った。

3-2 積分強度と目付量の相関性

2 層 (Sn/Ni) めっき材, およびクロメート処理した Cr の目付量について, 積分強度との関係は良好な直線性を示した。各元素の目付量と積分強度の関係を図 2 に示す。

3-3 定量結果

深さ方向プロファイルの生データをもとに, 単位時間ごとの各スペクトルの積分強度からスパッタ重量を求めて濃度と深さに変換した。^{1), 2)} 図 3, 4 は定量化した 2 層 (Sn/Ni) めっきについて, リフロー前後のプロファイルを示す。単層, および 2 層めっきのめっき層とクロメート皮膜中の Cr, Sn, Ni の目付量の分析を行った結果, 繰り返し再現精度は各元素とも CV 値で 5% 以内であった。

4. まとめ

Sn めっき材のめっき層および表面クロメート層について, GDS による定量化を検討した結果, 微薄なクロメート層, およびめっき組成を濃度と深さに変換できることを確認した。

1) 辺見, 中島, 鈴木, 大坪 : 鉄と鋼 70 (1984) S296

2) 鈴木, 西坂, 大坪, 辺見, 中島 : 鉄と鋼 71 (1985) A109

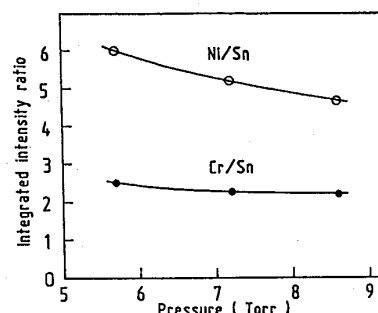


Fig.1 Relationship between integrated intensity ratio and Ar pressure of Grimm glow lamp.

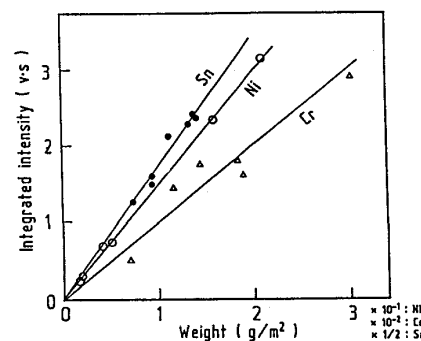


Fig.2 Calibration curve for Sn, Ni and Cr.

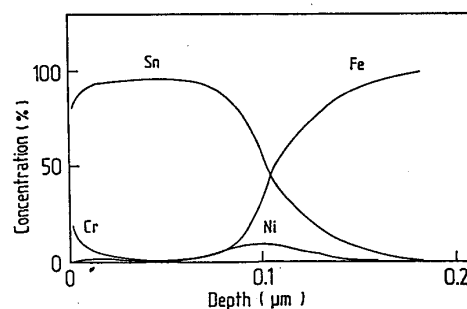


Fig.3 Calibrated depth profile (before reflowing).

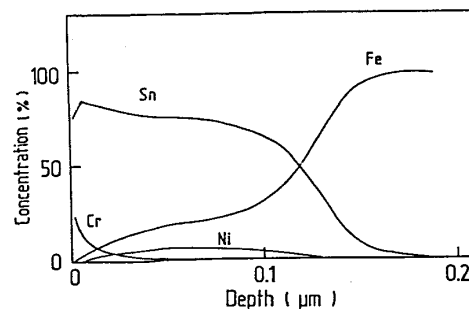


Fig.4 Calibrated depth profile (after reflowing).