

(374) グロー放電分光法による鋼板表面付着物の定量分析

川崎製鉄(株) 技術研究所

○大橋善治 山本泰子

角山浩三 岸高寿

(1) 緒言 表面処理鋼板の特性を左右する因子の中で、メッキ原板表面における不純物元素の異常挙動が大きな比重を占めるものとして注目されている。この表面不純物元素は、

① 鋼板内から偏析してきたもの

② 外部から付着したもの

に大別できるが、いずれの場合も、良好な表面処理鋼板を作成するためには十分なコントロールが必要であると考えられる。そのために我々はグロー放電分光分析法(GDS)を用いて鋼板表面の分析を行っているが、現段階では種々の条件下での不純物のプロファイルの相対的な変化などの測定ができる程度であり、分析装置を有効に活用するためにはデータの定量化が是非必要であると考えた。定量化については偏析元素、付着物元素についてそれぞれ独立に研究を進めているが、今回はそのうち付着物元素の定量化実験について報告したい。表面に付着する元素としては、Ca、Si、Naなどが考えられるが、我々はまずCaを測定対象として定量化を行なった。

(2) 実験方法 用いた装置は日立製AE005型グリムタイプのグロー放電装置を表面分析用に改良したものである。分光器は島津カントパックの固定チャンネル分光器(使用波長 Fe:2714.4Å, Ca:3933.7Å)を使用した。測定条件はArガス圧と放電電流の組み合わせで、3Torr-40mA, 4Torr-50mA, 5Torr-90mAの3条件で行ない、測定データはすべて1分間の積算値とした。さて表面付着物の定量化を行なう場合、検量線を作成するための標準試料が必要となる。そのために、我々はCaを一定量含む溶液を作成しそれを一定量鋼板表面上に滴下、乾燥させることにより測定面積内に一定量のCaを含む標準試料を作成した。滴下用の原板は合金元素量の少ない鋼板を種々のエメリー紙で研磨し、それぞれ表面粗度の異なるものを用いている。なお、滴下した板の乾燥方法としては、真空中に放置、乾燥する方式を採用している。

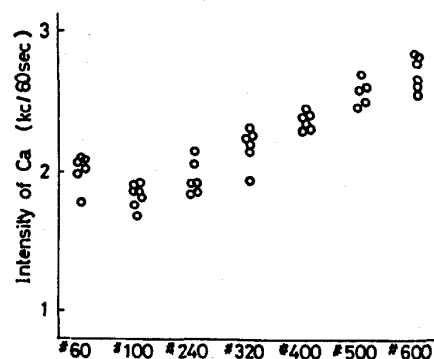


図-1 Ca強度と表面粗さの関係 (4Torr-50mA)

(3) 実験結果 得られた実験結果は以下の通りである。

① 4Torr-50mAの実験条件で測定した場合、データの再現性は良いが原板の粗度によって測定値が変化する(図-1)。明らかに粗度の小さい方が高い値が得られるが、これは表面粗度が小さくなるほど放電電圧が上昇するためと考えられる。

② 5Torr-90mAの場合、粗度の差による強度変化は一見無い様に見えるが、放電が不安定でデータの再現性が無い。

③ 3Torr-40mAの場合、粗度の差による強度変化もなく、また再現性も良いデータが得られている(図-2)。これは真空度が良くなって、表面粗度が放電電圧に与える影響が無視できるほど小さくなったためと考えられる。

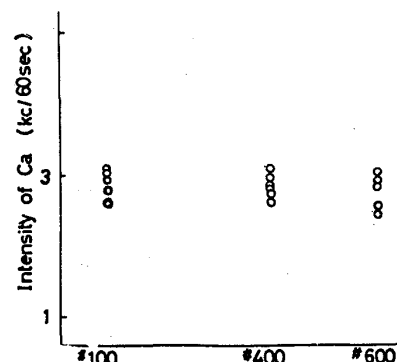


図-2 Ca強度と表面粗さの関係 (3Torr-40mA)

以上の結果から、3Torr-40mAの放電条件を採用することによって表面処理原板上の付着Caを定量分析することが可能となった。

参考文献: (1) Y. Ohashi et al., Surface and Interface Analysis; 1, (1979), 53