

EPMAによる化成処理皮膜断面の 高倍率マッピング分析法の検討

Investigation of High-Magnification Mapping Analysis Method for
Cross-Section of Chemical Conversion Coatings by EPMA

中島 圭一^{※(1)}

Keiichi NAKAJIMA

吉岡 信明^{※(2)}

Nobuaki YOSHIOKA

後藤 未来^{※(3)}

Miku GOTO

田口 秀之^{※(4)}

Hideyuki TAGUCHI

抄 録

防錆目的で鋼板表面に形成されるリン酸亜鉛などの化成処理皮膜は、厚さ数 μm で緻密な結晶構造を持つ。EPMAは「マイクロアナライザー」という名のとおり、リン酸亜鉛皮膜には最適なサイズであり、機械研磨による断面試料の分析が可能である。しかし近年は、SDGs等の観点から薄膜で高性能皮膜のニーズが高くなってきた。そこで厚さ数十nmで非晶質のジルコニウム(Zr)系皮膜が開発され、現在リン酸亜鉛皮膜からの切り替えが進んでいる。薄膜で非晶質のZr系皮膜は、従来条件でのEPMA分析は困難であるため、TEMで用いる薄片化断面試料を用いて高倍率マッピング分析法の検討を行った。さらに照射ビーム条件を変えた時のビーム径も測定し、その影響についても確認した。以上の検討結果より、厚さ数十nmの非晶質Zr系皮膜断面のZr分布を捉えることができ、EPMAによるナノオーダーの分析条件を確立することができた。

Abstract

The chemical conversion coatings such as zinc phosphate formed on steel sheets for corrosion protection are several micrometers thick and have a dense crystalline structure. For EPMA, a microanalyzer, the zinc-phosphate coating is the best size, allowing analysis of mechanically polished cross-sectional samples. In recent years, however, there has been a growing need for thin, high-performance coatings in view of SDGs and other issues. Thin and amorphous Zr-based coatings have been developed and are currently being adopted to replace zinc phosphate coatings. Since EPMA analysis of thin and amorphous Zr-based coatings is difficult under conventional conditions, a high-magnification mapping analysis method was investigated using thin sectioned samples for TEM. The beam diameter was also measured when the irradiation beam conditions were changed, and the effect of these changes was also confirmed. From the above study, Zr distribution in cross section sample was cleared, although amorphous Zr-based coatings was several tens of nanometers thick. The analytical conditions for nano-order analysis by EPMA were established.

公益社団法人 日本分析化学会 分析化学 第73巻 6号 p.305-312 (2024)より転載

※(1) 総合技術研究所 解析科学研究センター 副主任

※(2) 総合技術研究所 解析科学研究センター エキスパート

※(3) 総合技術研究所 解析科学研究センター

※(4) 総合技術研究所 解析科学研究センター スペシャリスト