

シンクロトロン光を用いためっき材料の状態分析について

1. はじめに

表面改質技術の一つであるクロメート処理は、非常に薄く耐食性に優れた被膜が得られ、かつ処理方法が簡単で低コストという特徴があります。そのため、様々な分野へ利用されており、特にめっき分野では保護被膜形成のための重要な技術となっています。

6 価クロムの使用に際しては、電気電子廃棄物に関する指令(WEEE)、有害物質の使用制限指令(RoHS)など厳しい規制が世界的に行われているため、クロメート被膜を構成するクロム化合物の組成分析が必要となっています。しかし、クロム化合物の組成分析は、膜厚が非常に薄く、結晶性が低いために、非破壊による分析は従来困難とされていました。

2013 年から供用を始めたあいちシンクロトロン光センターでは、極めて輝度が高く、エネルギー範囲が広いシンクロトロン光を用いることで、通常の装置では難しい分析を可能としています。今回は様々な利用法のうちから、硬 X 線による X 線吸収微細構造(XAFS)測定を利用しためっき材料の分析事例について紹介します。

2. X 線吸収微細構造(XAFS)測定について

XAFS 測定とは、試料に X 線を当て、吸収された X 線の割合から化学状態(元素の価数など)や分子構造(結合距離、配位数など)についての解析を行う測定手法です。この方法は、特定の元素についてのみの情報が得られ、結晶性を持たない試料(非晶質試料、液体試料など)についても容易に測定が可能であることから、非常に汎用性が高い測定手法です。

3. 測定試料と測定結果

測定試料は、厚さ 1.8mm の厚みの鋼板上に $10\mu\text{m}$ の亜鉛めっきを施し、その上からクロメート処理を行ったものを用いました。このめっき鋼板(1cm 角)に塩水噴霧試験を行い、その経過時間ごと(0 時間後、24 時間後、48 時間後)の試料を作製しました。鋼板が厚く、X 線が透過しないことから、発生する蛍光 X 線を計測することで測定を行いました。また、比較の試料

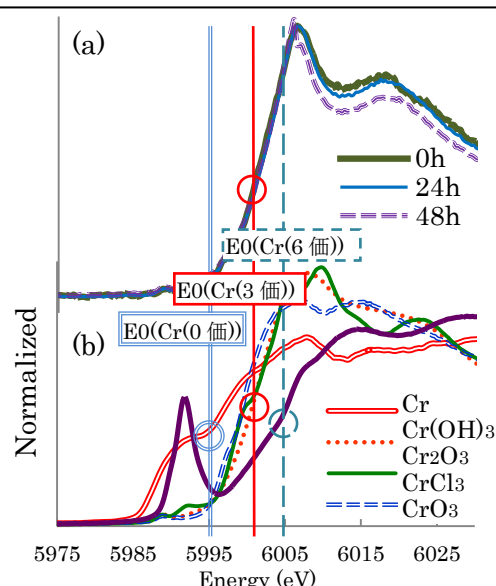


図 XAFS スペクトル

(a)めっき試料(塩水噴霧試験後)、(b)標準試料

として金属クロム(Cr)(0 価)、酸化クロム(Cr_2O_3 、 CrO_3)(3 価、6 価)、塩化クロム(CrCl_3)(3 価)、水酸化クロム($\text{Cr}(\text{OH})_3$)(3 価)の標準試料を測定し、結果の比較を行いました(上図参照)。また、グラフ中の丸印は、スペクトルの原点位置(E0)を、縦線はそのエネルギー位置を示しています。

今回の測定結果からクロメート被膜を構成するクロムは、3 価クロムの化学種(Cr_2O_3 、 CrCl_3 、 $\text{Cr}(\text{OH})_3$)と類似の変化を示していることから、3 価クロムの電子状態であると推定され、6 価クロムは確認できませんでした。また、その化学状態は塩水噴霧試験によって大きく変化していないことが判りました。

4. おわりに

このように、シンクロトロン光を利用した分析を活用することで、これまで困難であった試料の測定が容易となります。ご興味がありましたら、「あいちシンクロトロン光センター(Tel: 0561-76-8330、E-mail: aichisr@astf.or.jp)」までご連絡ください。

5. 謝辞

今回の測定は、名古屋市工業研究所金属・表面技術研究室との共同で行いました。この場を借りてお礼申し上げます。



産業技術センター 環境材料室 村井 崇章 (0566-24-1841)

研究テーマ: 液中プラズマ法を用いた燃料電池触媒の開発

担当分野: ナノテクノロジー