AZ91D を用いたプラズマ電解酸化の発光分光分析および生成皮膜評価

Optical Emission Spectroscopic Analysis of Plasma Electrolytic Oxidation of AZ91D

近大院総理工¹ ○(M2)西川 晋広¹, 武村 祐一朗¹

Kindai Univ. 1, °K. Nishikawa 1, Y. Takemura 1

E-mail: 2033340412s@kindai.ac.jp

1. はじめに

マグネシウム (Mg) は金属中で高い比強度をもつとされ、機械部品などの分野で軽量化、燃料の削減などに役立つ金属とされている。一方で、反応性の高い卑な金属でもある。表面から浸食しやすいことが課題で、耐食性の向上が必要不可欠だといえる。

そこで、浸食を防ぐ表面処理の代表的な手法として、金属表面上の数十 nm 程度の自然酸化皮膜を成長させる陽極酸化が挙げられる。この手法は、電気化学反応を利用し、安定な酸化皮膜 (MgO) を金属表面に生成できる。さらに近年では、通常の陽極酸化よりも高い電圧を付加し、金属表面にマイクロアークを生じさせ、より緻密で厚みのある皮膜を生成できるプラズマ電解酸化 (PEO: Plasma Electrolytic Oxidation) の研究が注目されている。

本研究では、マグネシウム合金を用い、PEO処理によってできる酸化皮膜のメカニズムの解明を目標とした。

2. 実験方法

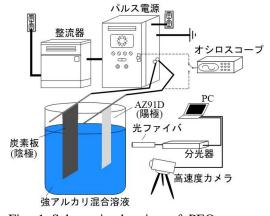


Fig. 1 Schematic drawing of PEO system

Fig. 1 は実験概略を示している。本実験では、電子温度の計測のために、分光器 (ツェルニーターナー型プラズマプロセスモニタ, HAMA MATSU, C7460) を設置した。なお、スポット内に取り込まれるスペクトル強度は、範囲内の発光部全体の平均となる。併せて、アーク挙動の可視化を行うために高速度カメラ (PHANT OM VEO, NOBBYTECH) を固定し、測定を行った。

3. 測定結果

分光器によるマイクロアークの発光分光分析では、アーク発生時に混合溶液に含まれる電解質中の成分元素および Mg が検出された。 Fg. 2のようにその発光強度はパルス電源から印加される電圧上昇に伴い増大した。なお、それぞれのスペクトル相対強度比は電圧 (70~100 V)、デューティー比 (10~50%)、パルス周波数 (300~1000 PPS) の条件下では変化しなかった。また、高速度カメラによるマイクロアークの発生測定では、電圧の上昇に伴いアークの発生量が増加することがわかった。

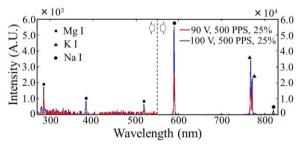


Fig. 2 Emission spectra of micro ark

次に、電子線マイクロアナライザー分析装置 (EPMA, JXA-8530F, JEOL) による生成皮膜断面の分析では、パルス電源からの印加電圧および処理を施す時間が大きくなれば、生成皮膜 (MgO) の厚さは増大した。しかし、90 V 以上の際に試料の端部で溶融が断続的に起こり、試料の損傷が確認された。

4. 結論

PEO 処理による AZ91D の生成皮膜は、アーク熱からの金属表面の瞬間的な溶融と凝固に関係がある。アークの発生量の増減 (発光強度)、すなわち、印加する電圧の大きさで皮膜特性は変化する。ただし、高速度カメラから得たアーク発生量の増減と分光器を用いたスペクトルの二線強度比較法から、アークの電子温度は実験条件下では同程度だと示唆される。

一方で、電圧値が増大したとき、処理表面に かかる熱エネルギーも増大し、皮膜厚さが増え るが不均一となる。特に、端部ではプラズマの エッジ効果により、電荷が端部に偏りやすいと 考えられる。したがって、アークの集中を抑え、 より分散できる反応系の検討が必要である。