

合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす電流密度と熱処理温度の影響

材料科 是永宗祐 植松俊明 伊藤芳典

Effect of Plating Current Density and Postannealing Temperature on Microstructure of Electroplated alloy film

Sosuke Korenaga, Toshiaki Uematsu and Yoshinori Itoh

1. 緒言

めっき皮膜には、金属を腐食から防ぐ防食めっき皮膜、外観価値を高める装飾めっき皮膜、硬さや耐磨耗性等を高める機能めっき皮膜がある。近年はめっき皮膜に求められる特性が多様化しており、単一金属めっき皮膜では対応ができない場合は合金めっき皮膜が用いられている。

皮膜の特性は結晶粒径や結晶構造などに影響を受け^{1), 2)}、目的とする特性を得るために、めっき条件の最適化や、熱処理などの後処理により、膜構造の制御が試みられている。

めっき皮膜の高機能化にともない、詳細な膜構造を理解することが必要となっており、膜構造解析の重要性が高まっている。膜構造解析法のひとつに断面の金属組織観察があり、観察のための試料調製法には、機械的に研磨した後に化学エッチングをする手法や、収束イオンビーム法で加工する手法などがある¹⁾。本研究では、他の手法に比べて簡便で、かつ広範囲を観察可能な前者の手法を選択し、合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす電流密度と熱処理温度の影響について調査した。

2. 実験方法

基板にはSK5鋼板を用い、電流密度340、680、1,360 A/m²で膜厚約65 μmの合金めっき皮膜を成膜した。成膜後、電流密度680 A/m²では300、450、600、800℃で、電流密度340、1,360 A/m²では600℃で熱処理した。合金めっき皮膜の断面を観察できるように各試験片を熱硬化樹脂に埋め込み、機械的研磨法で合金めっき皮膜の断面を鏡面に研磨した。エッチング液に浸漬させた後、金属顕微鏡で合金めっき皮膜の金属組織観察を行った。得られた金属組織か

ら、JIS G 0552に規定された視野にある結晶粒の平均数を求め、結晶粒が球であると仮定して平均結晶粒径を算出した。結晶粒が微細な試験片については、合金めっき皮膜の表面をX線回折装置で測定し、以下に示すScherrerの式³⁾を用いて平均結晶粒径を求めた。

$$D = K\lambda / (\beta \cos \theta)$$

D : 結晶粒径[Å]、 K : 定数 (β に半価幅を用いると0.9)、 λ : X線の波長[Å]、 β : 回折線幅[rad]、 θ : 回折角[°]

3. 結果と考察

電流密度680 A/m²で成膜した合金めっき皮膜の熱処理前後の金属組織を図1に示す。熱処理なし及び300℃では、層状組織が観察されたが、結晶粒を観察することはできなかった。そこで、X線回折を行い、Scherrerの式³⁾から平均結晶粒径を算出した。X線回折の結果を図2に示す。44°付近の回折ピークの半価幅は熱処理なしで0.43°、300℃で0.39°であり、計算により求めた平均結晶粒径は、熱処理なしで20nm、300℃で22nmとなり、著しい粒成長は見られなかった。

450℃以上の熱処理では、金属組織から結晶粒径を算出することができた。450℃における平均結晶粒径は約0.7 μmであり、膜厚方向でほぼ均一であった。450℃以上では、温度上昇にともない結晶粒は粗大化したが、600℃以上では、基板から15 μm以内の領域(以後、基板側)と、それ以外(以後、表面側)では粒成長が異なり、平均結晶粒径は600℃の基板側で1.2 μm、表面側で12.3 μm、800℃ではそれぞれ8.8 μm、14.4 μmであった。

以上より、簡便な機械的研磨法による試料調製で

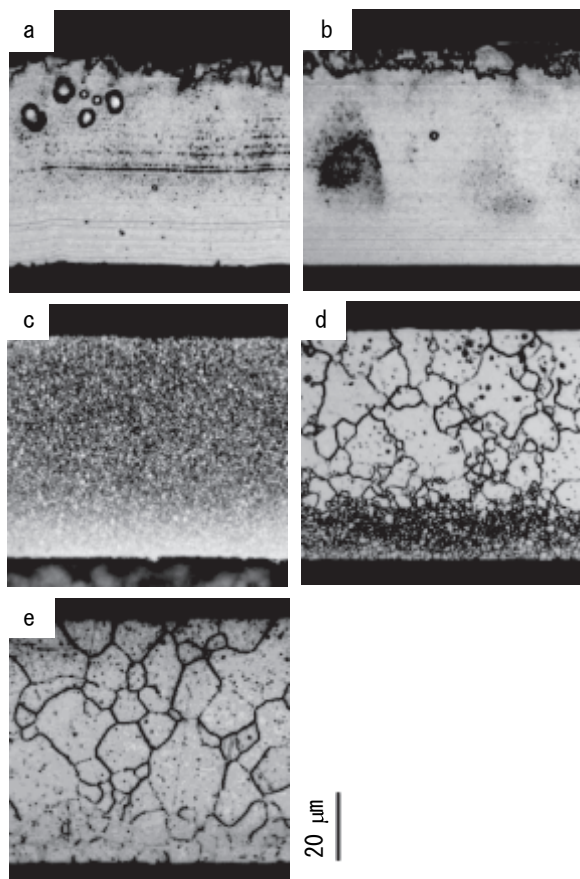


図1 各熱処理温度における金属組織：a)熱処理なし、b)熱処理温度300℃、c) 450℃、d)600℃、e)800℃。電流密度はいずれも680A/m²。

も、熱処理により結晶粒が粗大化したものでは、結晶粒を観察することができた。特に、本研究の系のように、同一試料内で粒成長が異なるめっき皮膜の金属組織を観察する際には、広範囲を観察可能な機械的研磨法による試料調製が適していると考えられる。

つぎに、電流密度が金属組織に及ぼす影響を調べるために、340、680、1,360A/m²の各電流密度で合金めっき皮膜を成膜した。熱処理なしの平均結晶子径は、X線回折から20nm程度で、電流密度によらずほぼ等しいことがわかった。各電流密度で成膜した合金めっき皮膜を600℃で熱処理した後の金属組織を図3に示す。平均結晶粒径は、いずれの電流密度においても基板側と表面側ともにほとんど変化はなく、粒成長もほぼ等しいことがわかった。

4. まとめ

合金めっき皮膜の金属組織に及ぼす熱処理温度と電流密度の影響について調査した。簡便な機械的研

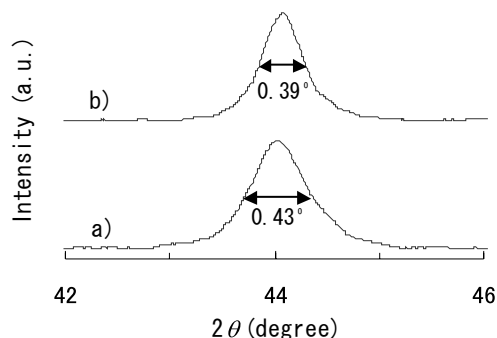


図2 X線回折プロファイル：a)熱処理なし、b)熱処理温度300℃。

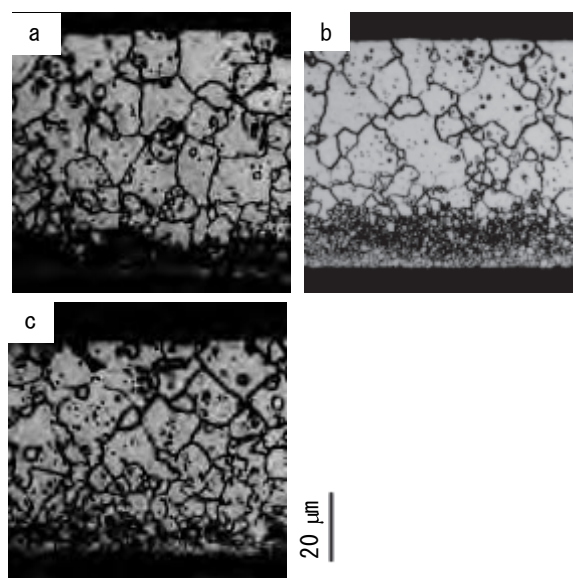


図3 各電流密度における金属組織：a)340A/m²、b) 680 A/m²、c)1360A/m²。熱処理温度はいずれも600℃。

磨法による試料調製でも、熱処理により結晶粒が粗大化したものでは、金属組織を観察することができた。熱処理温度上昇にともない結晶粒は粗大化した。600℃以上では基板側と表面側で粒成長が異なることがわかった。また、電流密度は、成膜後の平均結晶子径や熱処理後の粒成長にほとんど影響を及ぼさないことがわかった。

参考文献

- 1) 渡辺 徹：ファインプレーティング (VersionII), 5, ナノプレーティング研究所 (2007).
- 2) 渡辺 徹：めっき最新技術, 653, 情報機構 (2006).
- 3) 加藤誠軌：セラミックス基礎講座3 X線回折分析, 247, 内田老鶴圃 (1990).