ノート

複合めっき皮膜の断面観察手法の検討

三浦　一真*　林　成実**　中川　昌幸***

Examination of Cross-sectional Observation Technique on Composite Plating Film

MIURA Kazuma*, HAYASHI Narumi ** and NAKAGAWA Masayuki ***

1. 緒　　言

我々は，めっき皮膜中に不溶性の微粒子を共析（めっきで金属が析出する過程において浴中に存在する微粒子が同時に析出すること）させる複合めっき（図1の模式図参照）のうち，粒径が10nm以下のナノダイヤモンド微粒子（以後，NDと記載）のめっき皮膜中への複合分散化に関する研究を行っている[1), 2)]。

めっき皮膜中に取り込まれたNDの複合分散化の状態をを正確かつ迅速に解析し，実用データに迅速にフィードバックできる手法として，電界放出形走査型電子顕微鏡（Field Emission Scanning Electron Microscope：以後，FE-SEMと記載）による断面観察手法を試みた。本報では観察用サンプル作製手法とFE-SEMによる観察・分析結果を紹介する。

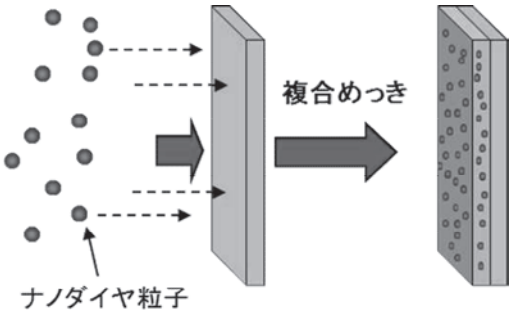

図１　複合分散めっき皮膜の模式図

2. サンプル作製および観察方法

2.1 サンプル

共同研究機関である日本メッキ工業（株）にて作製した。当該企業オリジナルの Fe めっき浴に 5g/L の ND を投入し，Al 製のテストピースの表面に複合めっきを行った。めっき厚さは約 20μm とした。めっき皮膜のビッカース硬さはおおよそ 400HV である。

2.2 観察用断面サンプル作製方法

FE-SEMによる観察を可能にするため，従来からの樹脂包埋の鏡面研磨に替わり，アルゴンイオンビームを使った試料断面作製手法を用いた。特殊なサンプルホルダーにサンプルをセットして精密小型試料研磨装置（ IS-POLISHER,（株）池上精機製）にて鏡面研磨を行い，端面の平面出しを行った。その後，前述のサンプルホルダをクロスセクションポリッシャー（CP: Cross Section Polisher，IB-19520 CCP（日本電子（株）製）によるアルゴンイオンビームエッチングを行い，観察に必要な断面を作製した。作製した断面観察用サンプルを低倍率で撮影した電

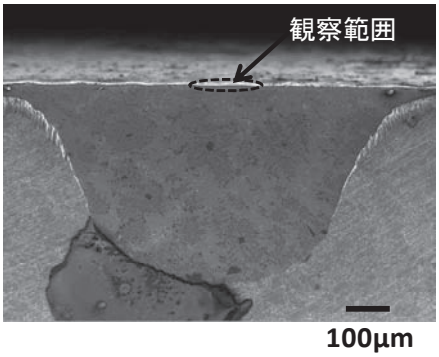

図２　断面観察用サンプル

*　素材応用技術支援センター
**　中越技術支援センター
***　下越技術支援センター

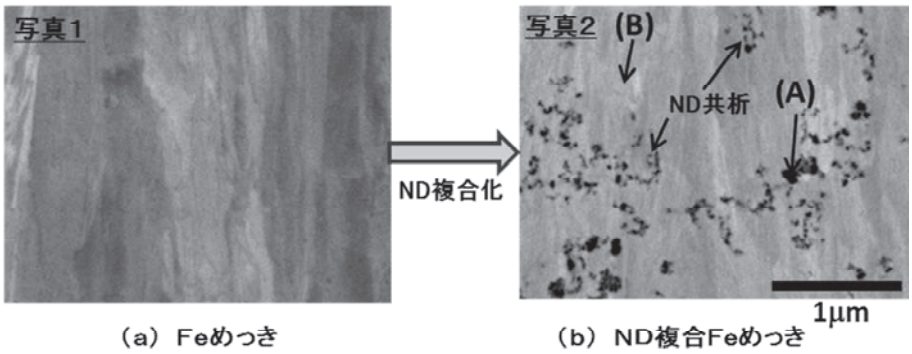

図 3 ND 複合化前後の Fe めっき皮膜断面写真（反射電子像）

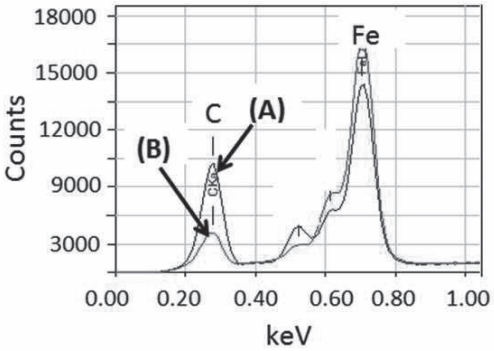

図 4　EDS 分析結果（図 3(b)中の（A），(B)）

子顕微鏡像を図2に示す。作製した断面サンプルの上側端面の中央付近で表面に近い点線枠で囲まれた部分について，FE-SEM（JSM-7100F，日本電子(株)製）を用いて観察とEDS（Energy Dispersive X-ray Spectroscopy）分析を行った。

3.　観察結果

FE-SEMで観察・EDS分析した結果をそれぞれ図3と図4に示す。加速電圧は5kVとし，反射電子における組成像を20,000倍にて観察した。図3（b）の写真中には，図3（a）で観察されない細かな黒点が観察領域の全域に存在していることがわかった。

この黒点の任意点（図3(b)の点(A)）とFeめっき素地の任意点（図3(b)の点(B)）において，EDS点分析を行った。炭素Cの検出ピーク（エネルギー準位が0.3keV付近）を見ると，黒点部分である点(A)はめっき素地部分の点(B)に比べ，この部分のピークカウントレベルが高くなっている。このことから，この黒点はナノダイヤモンド（ND）であると考えられる。

図5は複合Feめっき皮膜を高倍率で観察した反射電子像を示し，図5(a)は50,000倍，図5(b)は100,000倍で観察したものである。

めっき皮膜が50,000倍では黒点であるND粒子が鮮明に観察された。100,000倍の観察で得られた像は，50,000倍で得た像に比べるとわずかに解像度は下がるが，皮膜内のND粒子の分布の様子を把握することができた。

この範囲で観察されているNDは単体ではなく，複数の粒子が集まった凝集体である。観察された凝集体のうち，最も小さいもので約20nm弱あった。大きさから判断して，この部分は3

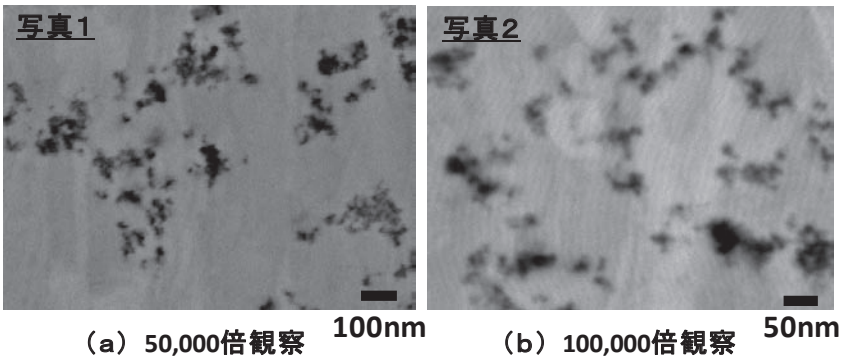

図 5　ND 複合 Fe めっき皮膜断面写真（反射電子像）

～4個のNDが凝集していると思われる。100,000倍の像ではこれよりも小さな黒点も観察されているが，像はやや不鮮明で有り，単独のND粒子であるか否かは不明であった。単独で存在する（単分散）粒子や単分散に近い凝集体を観察するには，さらに倍率を上げて観察する必要がある。引き続き，観察用試料の作製手法とFE-SEMの観察・分析条件の探索を行っていく。

4. 結　　言

（1）アルゴンイオンビームにより断面観察用試料を作製し，FE-SEM を用いることで ND めっき断面を 100,000 倍で観察できた。

（2）ND の皮膜中への分散の状況を詳細に把握するためには，さらに倍率を上げて観察する必要があり，適正な観察手法の確立に向け，探索を行っていく。

なお，本研究は，平成 29 年度研究成果展開事業研究成果最適展開支援プログラム（A－STEP）シーズ顕在化タイプにおいて，日本メッキ工業（株），（株）小西鍍金，長岡技術科学大学と行った「ナノ粒子複合分散技術を用いた自己潤滑性摺動部品の開発」の研究成果の一部であり，（国研）科学技術振興機構（JST）の委託を受けて実施したものであることを付記する。

参考文献

1） 松原浩，“ナノ粒子の複合化による機能性めっき膜の創成”，精密工学会誌，Vol.78, No.12，2012，p1049-1053.

2） 松原浩，三浦一真，工藤孝一，小西 統雄，“ナノ粒子複合めっきの夜明け～ナノダイヤモンド複合めっきの研究開発”，Electrochemistry， Vol.80, No.12， 2012，p1006-1011.