ノート

表面処理皮膜の硬度測定手法の検討

三浦　一真*　林　成実*　中川　昌幸*　杉井　伸吾**　小林　泰則***

Investigation on Hardness Measurement Method of Surface Treatment Film

MIURA Kazuma*, HAYASHI Narumi*, NAKAGAWA Masayuki*,
SUGII Shingo** and KOBAYASHI Yasunori***

1. 緒　　言

めっき等の表面処理皮膜の硬さは、汎用手法である圧痕の対角線長さから硬度を求めるマイクロビッカース法で測定されるが、対角線の読み取り精度の問題や圧痕が基材の影響を受けやすいため，硬度が高い場合や膜厚が薄い場合では，測定は難しくなる。

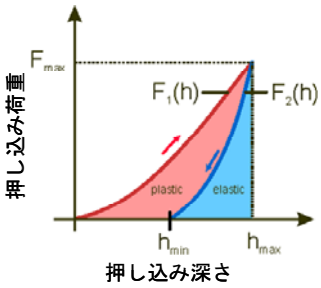
めっき皮膜の硬さ測定を目的とした皮膜硬度計は，得られる硬度の値が装置固有の数値である場合がほとんどで，汎用表記であるビッカース硬さへの変換は難しい。

そこで，我々はめっき等の表面処理皮膜の硬度を測定する新しい方法であるナノインデンテーション法に着目し，皮膜硬度の測定手法について検討した。

2. 測定原理および評価方法

2.1 測定原理 [1)]

ナノインデンテーション法の測定原理を図1に，本研究に使用したナノインデンター（皮膜硬度測定装置：HM500，(株)フィッシャー・インストルメンツ製）の外観を図2に示す。この方法はビッカース圧子で測定面に段階的に連続して荷重を増加・付与し，所定の荷重下での表面からのくぼみ押し込み深さを計測し、硬さを求める方法である。本装置はビッカース圧子を搭載しており，試験荷重を1mN（約0.1mgf）から連続的に荷重を増加することができる。



インデンテーション硬さ H_{IT}

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p}$$

$$A_p = 24.50\,(h_{max} - \varepsilon\,(h_{max} - h_r))^2$$

図１　ナノインデンテーション法の概略

図２　ナノインデンター（HM500）外観

この装置の特徴は，従来使われているビッカース硬さ値への変換ができることである。ナノインデンテーション法では試験力における最大押し込み深さから求めた圧子の表面積で除したマルテンス硬さが求められる。このマルテンス硬さは塑性変形と弾性変形の両方のパラメータを含んでいる。このうち，塑性変形のみの要素を持つ塑性硬さ（インデンテーション硬さ：H_{IT}，以下H_{IT}と略す）は図1に示す式で求められる。

*　研究開発センター
**　下越技術支援センター
***　素材応用技術支援センター

ここでFmaxは最大負荷荷重，Aρは接触投影面積，εは圧子の幾何学形状による補正係数であり，ダイヤモンドビッカース圧子の場合は0.75である。ナノインデンテーション法ではこのインデンテーション硬さH_{IT}はビッカース硬度と相関関係にあることがわかっており，硬さ換算に関するデータベースより，インデンテーション硬さからビッカース硬度への換算を可能としている。

2.2 評価方法

用いたサンプルは炭素鋼に通常のNi無電解めっき（以下Niめっきと略す）とダイヤモンド微粒子を複合させたダイヤモンド複合Ni無電解めっき（以下複合Niめっきと略す）の2種類で約10μmのめっきを施したサンプルを用いた[2)]。硬度測定に用いた装置は前述のナノインデンターで，サンプルを脱脂・洗浄してからステージに固定後，押し込み荷重を50mNに設定して，めっき皮膜の表面からビッカース圧子で押し込み，この荷重に達した後，除荷して塑性硬さを求めてからビッカース硬度に換算した。

表１　皮膜硬度結果一覧

サンプル名	H_{IT}	HV	サンプル名	H_{IT}	HV
Niめっき A	7372	697	複合Ni めっきA	10197	964
Niめっき B	7248	685	複合Ni めっきB	8190	774
Niめっき C	6983	660	複合Niめっき C	16440	1554
Niめっき D	7186	679	複合Niめっき D	13055	1234
Niめっき E	7229	683	複合Ni めっきE	12286	1161
（平均値）	7204	681	（平均値）	11970	1137
	(N/mm^2)			(N/mm^2)	

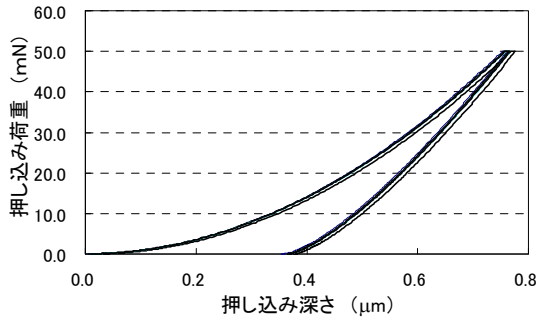


図３　荷重—押し込み深さ曲線（Ni めっき）

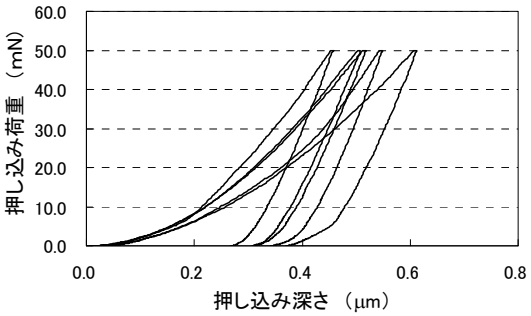


図４　荷重—押し込み深さ曲線
（複合 Ni めっき）

3.　評価結果

ナノインデンテーション法にてめっき硬度を測定した結果一覧を表1に示す。表1の結果を表す荷重—押し込み深さ曲線を図3と図4に示す。

Niめっきの平均硬度を見るとH_{IT}が7200N/mm^2で，ビッカース硬度に換算すると681HVである。硬度のばらつきは平均値±20HV以内であり，図3の荷重－変位曲線がほぼ同じプロファイルを示すことからも分かるようにばらつきは非常に小さい。

一方，複合Niめっきの硬度は前述のNiめっきの硬度より高く，H_{IT}が平均11970N/mm^2，ビッカース換算値で1100HVを越える高い硬度が得られたが，5点測定のばらつきは，およそ1100±400HVと大きくばらついた。図4の荷重－押し込み深さ曲線を見ると押し込み深さにもばらつきが見られる。

荷重50mN時の押し込み深さはNiめっき皮膜で平均0.75μm，複合Niめっき皮膜で平均で0.5μmであり，除荷後の押し込み深さ（塑性深さ）はNiめっきで0.4μm，複合Niめっきで平均0.3μmである。押し込み量が浅いほど硬度は高く，押し込み深さの違いからも硬度の差が明らかに違うことがわかる。

複合Niめっき皮膜で高い硬度が得られた原因は硬いダイヤモンド微粒子が皮膜中に存在しているためと考える。

硬度のばらつく原因については現在調査中で

あるが，皮膜の表面粗さや皮膜中に含まれるダイヤモンド粒子の分布が関係している可能性がある。

本測定に用いたサンプルのめっき厚さは10μmである。これを通常のマイクロビッカース硬度計で表面から測定すると，素地の影響が出る可能性が高い。

ナノインデンテーション法で50mNで測定した場合の押し込み深さはNiめっきで0.8μm未満であり，めっき厚さの1/10以下である。また，図3の荷重－押し込み深さのプロファイルを見ても傾きがかわる等の基材の影響は全く見られなかった。したがって，今回の条件の測定では10μmの膜厚でも十分測定可能であることが示された。これよりも皮膜が薄い場合には押し込み荷重を低くして測定することが可能であり，以前に押し込み荷重を5mNで行った経験もある[3)]。

今後はより薄い皮膜の測定、硬度に及ぼす表面性状の影響、被測定物を加熱しての測定等実用化のための検討を行うとともに，一般表記であるマイクロビッカース法での測定による検証も合わせて行っていく。

4. 結　　言

（1） ナノインデンテーション法にて 10μm の Ni 無電解めっき皮膜の硬度を測定し，平均 680±20HV の値が得られた。

（2） ダイヤモンド微粒子を含んだめっき皮膜の硬度は平均で 1130HV の高い値となったが，ばらつきが見られた。

なお，本研究は平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業の成果の一部であり，経済産業省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）片山繁雄，“めっき皮膜の硬さ評価試験とどの応用”，表面技術，Vol.58，No.4，2007，p206-212.

2）松原　浩，“めっき膜中へのナノダイヤモンドの複合化による新材料作製”，表面科学，Vol.30，No.5，2009，p279-286.

3）三浦一真ほか，“業務用ダイヤモンド刃物の開発”，工業技術研究報告書，No.39，2010，p83-85.