

多重定電流パルスによって作製したNi/Cu電気めっき多層膜におけるナノ周期構造と耐摩耗性

神奈川県工学部 田邊豊和 伊藤拳人 郡司貴雄 大坂武男 松本 太
神奈川県工学研究所 金子信悟

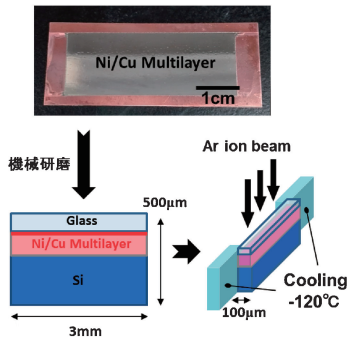


Fig. 1 Cryo-ion milling による多層膜めっきの断面薄膜化.

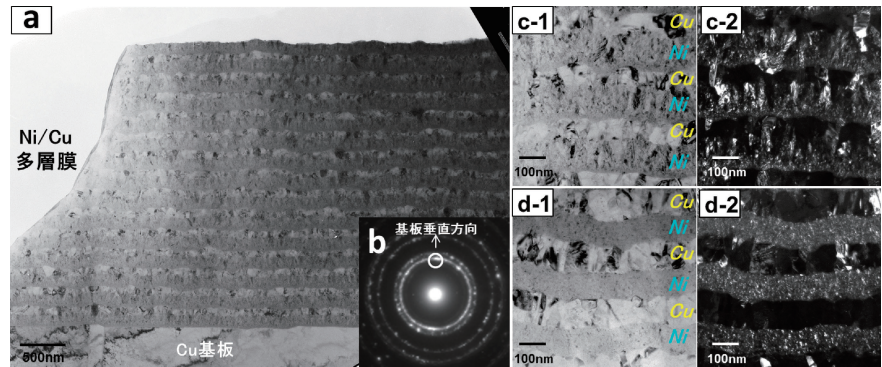


Fig. 2 Ni/Cu 多層膜めっきの断面組織 (a), 多層膜からの回折像 (b), 明視野像 (c-1, d-1), 111回折波により結像した暗視野像 (c-2, d-2) : (c)パルス1回, (d)パルス5回.

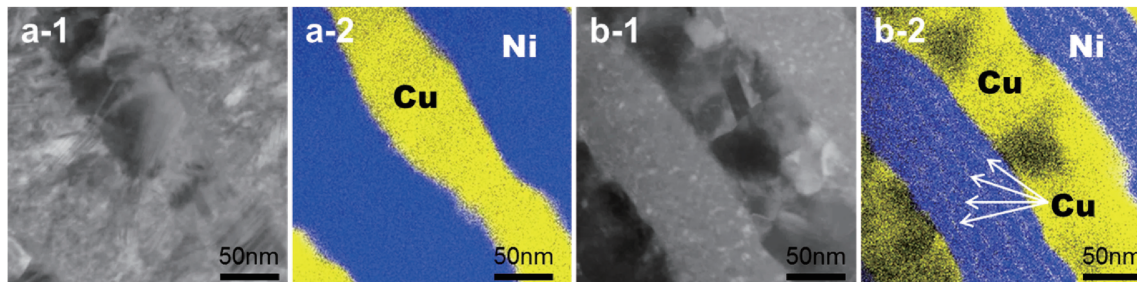


Fig. 3 Ni/Cu 多層膜の STEM-DF 像 (a-1, b-1) と EDS 元素マッピング (a-2, b-2) : (a)パルス1回, (b)パルス5回.

異なった金属めっき膜を重ね合わせる金属多層膜めっきは、単一金属膜に比べ優れた機械的強度を示すことが知られている。多層膜中の各金属層厚を数百 nm 以下に小さくするに従って引張強度や硬さが飛躍的に向上することから基材の機械的特性とナノ周期構造の関係性が示唆されている。そこで我々グループでは金属多層膜めっきの断面組織観察手法を検討し、ナノ周期構造と耐摩耗性の関係解明の検討を行なった⁽¹⁾。TEM 観察用断面試料は、Ar イオン研磨装置 (Ion slicer : 日本電子製, EM-09100IS) をベースにして液体窒素による冷却機構を増設した研磨装置⁽²⁾ を使用して多層膜を薄膜化することで作製した (Fig. 1)。冷却機構を使用することで研磨時の金属再蒸着を抑制する効果が確認され⁽³⁾、アーティファクトの少ない断面組織を得た (Fig. 2(a))。Ni 及び Cu 層を 1 回の印加定電流パルスで作製した Ni/Cu 多層膜では、基板垂直方向 111 回折波により結像した暗視野像において基板垂直方向に伸びた多数の柱状結晶が Ni 層、Cu 層ともに観察された (Fig. 2(c)-2)。それに対し、パルス 5

回で各金属層を作った場合には Ni 層の結晶子は小さく、パルスの印加回数を増やすに従って、数 nm まで小さくなることを確認した (Fig. 2(d)-2)。EDS 分析により、パルス 5 回で単層を作った場合においては Ni 層中に数ナノ程度の Cu 層が印可パルスの回数分挿入されており (Fig. 3(b)-2)、パルス回数を増やすことにより Ni の微粒子化及び Ni 層中への極薄 Cu 層の挿入を促す効果があることが明らかになった。耐摩耗性が向上する要因としては、パルスを繰り返すことによって、Ni 層中の Ni 粒子が微細化することによる寄与と、Ni 単層中に形成した微細な Cu/Ni 多層構造の寄与の二つがあると考えられる。

文 献

- (1) T. Tanabe, K. Ito, C. Morita, S. Kaneko, T. Gunji and F. Matsumoto: *Electrochemistry*, **83** (2015), 624–629.
- (2) M. Terauchi, F. Sato, H. Sugizaki and K. Sugauna: *J. Electron Microsc.*, **60** (2011), 25.
- (3) T. Tanabe: *J. Electron Microsc.*, **60** (2011), 35.
(2016年7月20日受理) [doi:10.2320/materia.55.601]

Effect of Periodic Nanostructure in Ni/Cu Multilayers Prepared with Multi-Constant Current Pulse on Their Wear Resistance Property; Toyokazu Tanabe*, Kento Ito*, Takao Gunji*, Takeo Ohsaka*, Futoshi Matsumoto* and Shingo Kaneko** (*Department of Material and Life Chemistry, Faculty of Engineering, Kanagawa University, Yokohama. **Research Institute for Engineering, Kanagawa University, Yokohama)

Keywords: Ni/Cu multilayer, electrodeposition, electroplating, cross-sectional observation, periodic nanostructure

TEM specimen preparation: Cryo-ion slicer TEM utilized: JEM-2100F (200 kV)