

走査電子顕微鏡を用いた微粒子分散複合めっき皮膜の観察

新潟県工業技術総合研究所 三浦一真 林 成実 中川昌幸 小林泰則
日本メッキ工業㈱ 工藤孝一 武江佳基 小西鍍金 小西統之 小西統雄
長岡技術科学大学 松原 浩

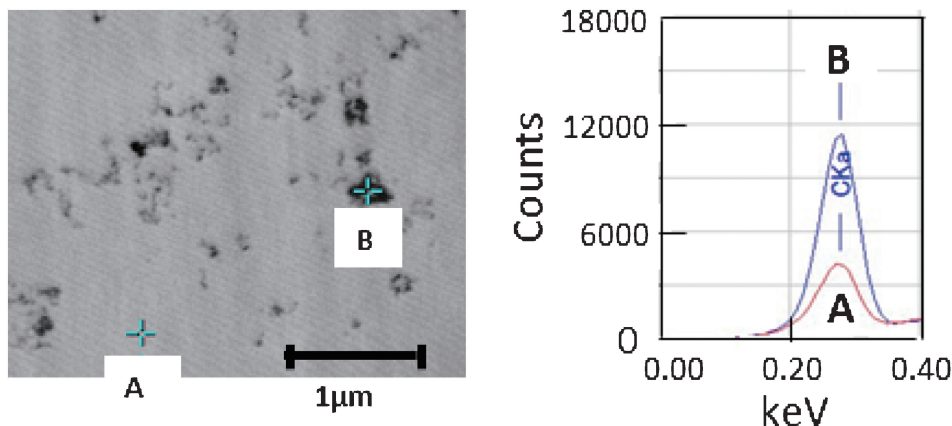


Fig. 1 ND 複合 Fe めっき皮膜断面の反射電子像(加速電圧 5 kV)と炭素(C)に着目した EDS 点分析結果(加速電圧 5 kV). (オンラインカラー)

めっき浴に粒径が 5~10 nm の微粒子を添加させ、金属析出の過程で微粒子を同時に析出(共析)させた複合めっきの皮膜における微粒子の分散状態の観察について、従来は観察分解能の高い透過型電子顕微鏡にて行ってきたが⁽¹⁾、薄切試料の作製に時間を要し、迅速性に欠ける。そこで、迅速性を高め、製品へフィードバックするシステム構築を目的に、イオンミリングでの試料作製と電界放出形走査電子顕微鏡(FE-SEM)観察による評価技術の確立に取り組んでいる。

ナノダイヤモンド微粒子(ND)を用いた複合 Ni, Fe めっきサンプルをサンプリング後、専用のホルダーにセットして断面を機械研磨、イオンミリングで作製した試料を FE-SEM を用いて観察した。ND 複合 Fe めっきの反射電子像(組成像)と炭素(C)に着目した EDS 点分析結果を Fig. 1 に示す。観察範囲の全域で反射電子の発生量の少ない原子番号の小さな元素特有の黒いコントラスト(黒点)が様々な形態で存在している。めっき素地部分の A と大きな黒点 B の炭素(C)の EDS 点分析結果を比較すると、A に比べ、B の強度が高いことから、黒点は ND であると考えられる。Fig. 2 に皮膜を拡大観察した結果を示す。微細な黒点が観察されているが、単分散やそれに準ずる形で存在している ND を明瞭に観察するためには、観察分解能を上げる必要があり、試料の作製方法、イオンミリング条件、FE-SEM の観察条件(加速電圧、電流値等)の適正化を図るなどして、引き続き観察技術の向上に取り組んでいく。

本研究は(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。

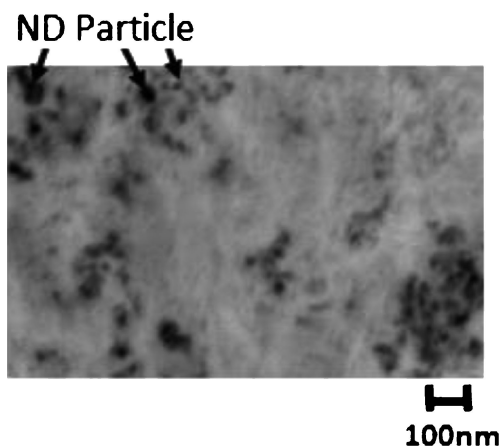


Fig. 2 皮膜断面の拡大反射電子像(加速電圧10 kV).

文 献

- (1) H. Matsubara, K. Miura, K. Kudou and M. Konishi: Electrochemistry, **80**(2012), 1006-1011.
(2018年 8 月 20 日受理)[doi:10.2320/materia.58.82]