

めっきの膜厚測定には蛍光X線膜厚計がよく用いられます。この装置はX線を試料に照射し、試料から発生する元素固有のX線(蛍光X線)を検出することで材料の元素分析を行う装置ですが、膜厚既知の標準試料を測定し膜厚と蛍光X線強度の関係を把握すること(検量線法)、または理論計算(薄膜FP法)により素材上のめっき膜厚を測定することが可能です。この装置では、比較的大きな試料をそのまま分析できること、非破壊で分析するため前処理が不要なこと、測定時間が短いことなどから製品の品質管理の現場でも用いられています。ここでは無電解ニッケル-りんめっきの膜厚測定での条件設定方法について、実測値も併せて検討しました。



図1 蛍光X線膜厚計

## 無電解ニッケル-りんめっき

無電解めっきは電気めっきのように通電によるものではなく、金属イオンと還元剤の化学反応によって金属イオンを素材上に金属として還元析出させる方法です。特徴としてめっき膜厚の均一性がある、形状に制限がない、導電性のない試料にもめっき可能といった点が挙げられます。

その中で無電解ニッケル-りんめっきは、防食、耐摩耗などの目的で施しためっきで、析出物はニッケルを主として、りん2-15%を含むものとなっています。りんの含有量の違いにより低、中、高りんに分類され、性質の異なる被膜が得られます。

## 蛍光X線によるめっき膜厚測定

今回は、みがき棒鋼上にめっきされた試料を用いました。無電解ニッケル-りんめっきの膜厚測定は標準試料を準備することが難しいため、薄膜FP法で行いました。測定の際にはめっきの種類、元素等を装置に入力しますが、合金の場合は元素濃度も条件として入力します。りん濃度が把握されていない場合は変動値として、膜厚とともに測定結果として求めることとなります。今回はりん濃度を把握していないものであったため、①りん濃度を既知とし5~12%の範囲で1%刻みで固定して測定、②りん濃度を変動値として膜厚とともに測定、という2つの方法で検討しました(表1)。①の場合、りん濃度が低いほど膜厚は大きくなっています。②の場合はりん濃度が8.2%となり、膜厚は

りん濃度8%の固定値に近い値となっています。

| 濃度設定    | 固定   |      |      |      |      |     |      |      | 変動   |
|---------|------|------|------|------|------|-----|------|------|------|
| ニッケル(%) | 95   | 94   | 93   | 92   | 91   | 90  | 89   | 88   | 91.8 |
| りん(%)   | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10  | 11   | 12   | 8.2  |
| 膜厚(μm)  | 2.61 | 1.83 | 1.47 | 1.33 | 1.24 | 1.2 | 1.17 | 1.14 | 1.31 |

表1 測定条件とめっき膜厚の関係

## 断面観察によるめっき膜厚測定

当技術センターでは、非破壊で測定できる蛍光X線膜厚計による方法、電磁法、渦電流法の他に、試料を調整してその断面から金属顕微鏡または走査電子顕微鏡によるめっきの厚さ測定も行えます。今回の試料は金属顕微鏡(~1000倍)では測定が難しかったため、走査電子顕微鏡の二次電子像で膜厚測定を行ったところ平均1.16μmでした。

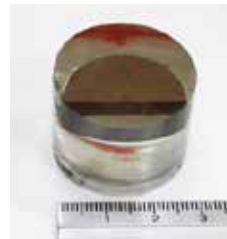


図2 断面観察試料

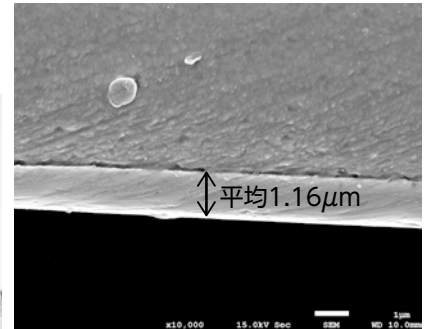


図3 二次電子像

## りん濃度の測定

今回の試料は、りん濃度が未知として膜厚測定を進めてきましたが、めっき膜を溶解し分析したところ、りん濃度は11%でした。蛍光X線膜厚測定でりん濃度を11%に固定した時の膜厚の値(1.17μm)は、断面観察による膜厚測定値1.16μmにほぼ等しくなっており、りん濃度が明らか場合は濃度固定で入力の方がより正確な結果が得られるといえます。

## 蛍光X線膜厚計の仕様等

### EA6000VX(株式会社日立ハイテックサイエンス)

測定元素: Na(原子番号11)~U(原子番号92)

線 源: Rhターゲット

管電圧最大 50kV

管電流最大 1000μA

検出器: Vortex(SDD検出器)

分析領域: 0.2、0.5、1.2、3.0mm

試料観察: 高解像度CCDカメラ

最大試料サイズ: 500(W)×400(D)×150(H) 5kg

料金: 貸付料基本額 2,040円/時間

蛍光X線による膜厚測定 2,040円/1件