

## 金属材料の結晶配向分析に係る調査研究

無電解Ni-Pめっき皮膜に熱処理を行うと皮膜内の構造が変化し、その物性にも影響が表れます。今回、皮膜内の構造を調査するため、従来よりミクロな領域で分析(①ナノインデンテーション試験機による硬さ分析 ②EBSD(electron backscattered diffraction)による結晶配向分析)を実施しましたので、その結果について紹介します。

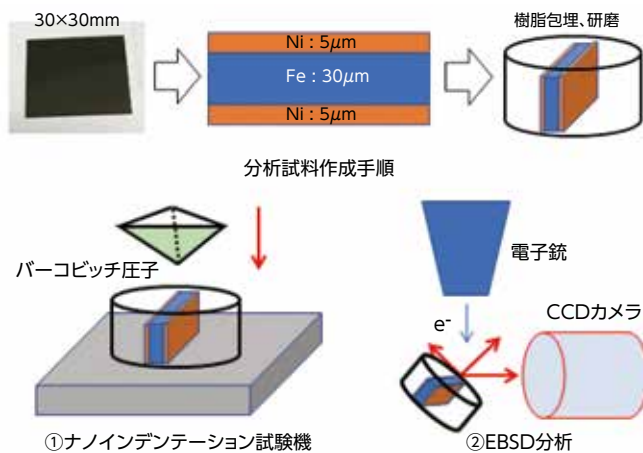
## はじめに

無電解Ni-Pめっきを機械部品に使用する場合には、併せて熱処理を施すことがよくあります。これは、熱処理により皮膜内部でNiがPとの化合物(Ni<sub>3</sub>P結晶等)を作り、皮膜の硬さや摩擦特性を向上させるからです。

本研究では、従来は主にマイクロビッカース硬さ試験機やX線回折装置で分析されてきた熱処理後の無電解Ni-P皮膜について、よりミクロな視点からナノインデンテーション試験機、EBSDを用いて分析を行いました。

## 実験方法

熱処理(大気雰囲気下で400℃で2時間)後の無電解Ni-Pめっき(めっき厚:5μm)について、①ナノインデンテーション試験機による皮膜硬さ測定、②皮膜内部の元素分析及び結晶状態の調査を行いました。



## 結果&amp;考察

ナノインデンテーション試験機により硬さ測定した結果を図1に示します。めっき表面からの距離にかかわらず、皮膜内部での大きな硬さ変化は無かったので、熱処理後のめっき皮

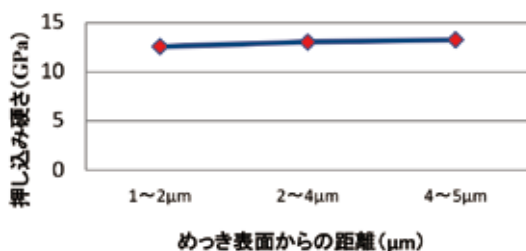


図1 めっき皮膜内での硬さ

膜内のNi<sub>3</sub>P結晶は一様に分布していると考えられます。

次に、めっき皮膜部分のSEM-EDS結果を図2に示します。この結果からPはめっき皮膜内で均一に分布していることがわかります。

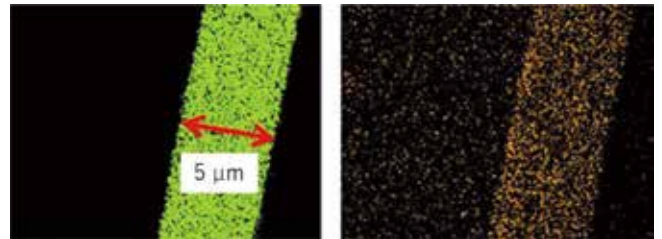


図2 SEM-EDS結果(左:Ni 右:P)

最後に、観察できたEBSDパターンを図3に示します。このパターン(帯の位置や交差角度等)により結晶配向の分析を行うのですが、図3のとおり、下地のαFeはパターンが鮮明であるのに対し、めっき部分では、僅かにパターンが確認できるのみでした。このようにパターンが不鮮明となる原因の1つとして、めっき皮膜内の結晶化度が低いということが考えられます。

したがって、めっき皮膜内部ではアモルファス部分が依然存在しているのではないかと推測されます。

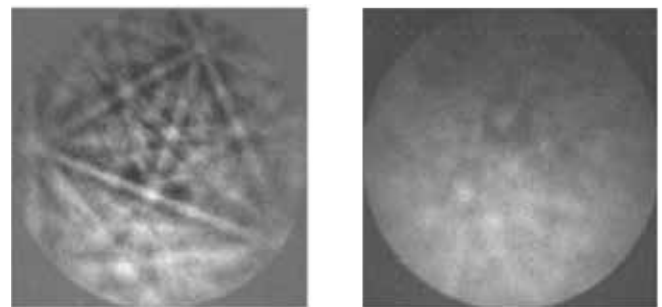


図3 EBSDパターン(左:αFe 右:めっき部)

## まとめ

今回、熱処理後の無電解Ni-Pめっき皮膜の結晶配向分析にあたり、ナノインデンテーション試験機及びEBSDによる分析を行いました。結果として、結晶配向分析を行うことが可能となるEBSDパターンを得ることはできませんでしたが、めっき皮膜内の結晶化度不足が示唆されました。

したがって、今後は熱処理条件の調整(高温長時間での熱処理、急冷却、不活性ガス化での熱処理等)により、結晶化度上昇の検討が必要であると考えます。