

ホウ素フリーめっき浴からの高効率 Fe-Ni 膜成膜

幸田 一輝, 杉原 健太, 江口 和樹, 高嶋 恵佑, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊
(長崎大学)

1 はじめに

Fe-Ni 合金は優れた軟磁気特性を有しており、センサなどの磁気デバイスに応用されている。Fe-Ni めっき膜に関しては、従来多くの報告がなされていたものの、その多くは pH 緩衝材としてホウ酸を用いていた。このホウ酸に含まれるホウ素が我が国では排水規制されている。以上の背景のもと本研究ではホウ酸を代替する酸としてクエン酸に着目し、クエン酸浴から作製した Fe-Ni 膜の各種特性の報告を行ってきた。従来の検討では、膜質や磁気特性改善にクエン酸が寄与することを確認したが、過剰な添加は電流効率を下げる要因となるため、適度な添加量に制御する必要があった^[1]。本研究では、ホウ酸フリーなめっき浴からの高効率な Fe-Ni 成膜を鑑み、アンモニウム塩、具体的には塩化アンモニウムに着目し、膜の組成や磁気特性、電流効率などに与える影響を検討したのでその結果を報告する。

2 実験方法

本研究では定電流めっき法を用いて Fe-Ni 膜の作製を行った。陽極および陰極には、厚さ 500 μm 、幅 5 mm の Ni 板および Cu 板をそれぞれ用いた。電極間距離は 25 mm、電流密度は 200 mA/cm^2 、浴温度は 50 $^{\circ}\text{C}$ に、それぞれ設定した。めっき浴の試薬濃度はそれぞれ硫酸鉄 53 g/L、硫酸ニッケル 271.7 g/L、塩化ナトリウム 50 g/L、サッカリンナトリウム 10 g/L とし、塩化アンモニウムは 0 から 50 g/L の範囲で変化させた。

3 実験結果

図 1 に保磁力の塩化アンモニウム量依存性を示す。図 1 には比較のため、文献[1]より引用した保磁力のクエン酸量依存性の結果も併記している。なお、クエン酸浴では、クエン酸量を変化させると膜組成が変化したため、Fe 試薬量によって $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$ 付近に組成制御した際の結果を示している。塩化アンモニウム無添加の場合は、200 A/m を超える大きな保磁力を示したが、1 g/L の添加により、劇的に保磁力が低下した。本研究では、塩化アンモニウム量が 15 g/L 付近で保磁力が最も低い値を示し、既報のクエン酸浴の結果よりも若干低い値を示した。図 2 に塩化アンモニウム無添加膜と添加膜 (15 g/L) の表面 SEM 像を示す。図 2 には外観写真ならびに表面粗さの値も示している。図 2 より、塩化アンモニウム無添加時は表面が粗雑な膜となることが了解される。一方、塩化アンモニウムを添加することで表面平滑性が向上することが了解され、膜質改善が保磁力低減に効果的に働いたと考えられる。

図 3 に電流効率の塩化アンモニウム量依存性を示す。図 3 には、図 1 と同様クエン酸浴の結果も併記した。図 3 より塩化アンモニウム浴は 90 % を超える高い電流効率を示すのに対し、クエン酸浴は浴濃度の増加に伴い、電流効率が低減した。

以上の結果より、塩化アンモニウムは、①優れた軟磁気特性、②高電流効率成膜、の観点からホウ酸を代替する添加剤として有効な試薬であることがわかった。加えて、塩化アンモニウム添加量は膜組成に影響を与えなかったことから、③容易な組成制御性、も実応用面で有利な試薬であることが明らかとなった。

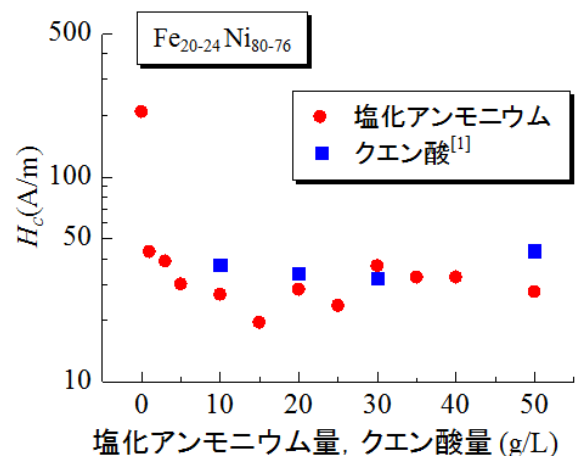


図 1. 保磁力の塩化アンモニウム量依存性

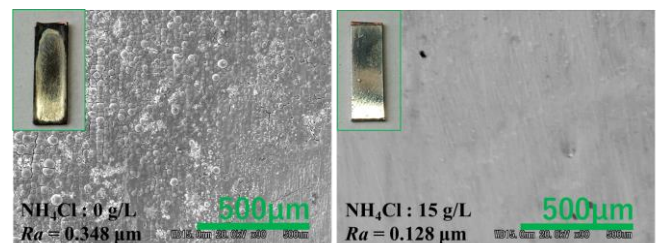


図 2. 表面形態の変化(左:無添加膜 右:15 g/L 添加膜)

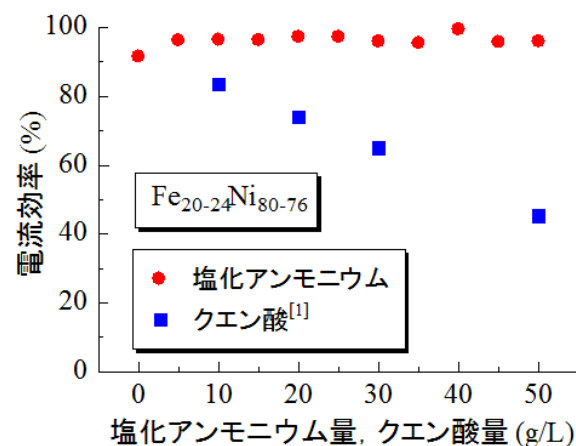


図 3. 電流効率の塩化アンモニウム量依存性

文 献

[1]大坪ら, 電気学会研究会資料, MAG-14-212 (2014).