

インバー Fe-Ni 合金電析膜の微細構造評価

(原題: Microstructure Characterization of Electrodeposited Invar Fe-Ni Alloy)

表面処理チーム 永山 富男, 山本 貴代, 中村 俊博

要 旨

鉄-ニッケル (以下, Fe-Ni) 合金は, Niが30~40mass%において合金の室温付近の線膨張係数 (CTE) が, Fe (CTE = 12 ppm / K) または Ni (CTE = 13 ppm / K) に比べて小さくなる。特に, Ni含有率36mass%の合金は, Fe-Ni合金の中で最も低いCTE (約 1 ppm / K) を示す。これらの低CTEを呈するFe-Ni合金は“インバー合金”と呼ばれている。

インバー合金めっき技術を応用した電鍍プロセスは, 低CTEを有することで熱寸法安定性が優れ, さらにめっき技術を応用することでマイクロメートルサイズの高寸法精度が得られる3次元金属構造体 (MEMS (Micro Electro Mechanical Systems)) の作製に適していると考えられる。

我々は既に, サッカリンをめっき膜の応力減少剤として添加しためっき浴から, インバー組成範囲 (Ni含有率36~40mass%) のFe-Ni合金めっきの自立膜を作製できることを報告した。Ni含有率36 mass%のインバーFe-Ni合金めっき膜中には, サッカリンに由来する少量の硫黄 (S, ~0.02 mass%) が含まれていた。また, インバー合金めっき膜の合金相が, めっきしたままの準安定bcc相から, 400 °C以上の熱処理後に熱平衡fcc相へ相変態し, その構造変化に伴い膜の線膨張係数 (CTE) が大幅に低下した。

一般に, 少量のSを含むfcc Niめっき膜及びNiリッチなfccFe-Ni合金めっき膜においては, 400°C程度での焼鈍時にSが粒界に偏析し, 膜状の硫化物を形成することによって, めっき膜が著しく脆化することが知られている。一方, Sを含むインバーFe-Ni合金めっき膜は, 400~500 °Cで熱処理することで低CTEを発現するとともに, 高い強度と優れた延性を示した。さらに, 600 °Cで熱処理されたインバーFe-Ni合金めっき膜中のSは, 上述の膜状硫化物ではなく, 粒界に粒状硫化物として存在することを確認した。しかしながらこれまでインバー合金めっき膜において, 熱処理後の粒状硫化物を含む膜の微細組織についての詳細調査はなされていない。そこで本研究では, めっきしたまま, 及び膜の低CTE特性を発現させるために必要な熱処理後において, インバー合金めっき膜の微細組織を詳細に調査した。

めっきしたままのbcc相を有するインバー合金めっき膜は, マイクロメートルサイズの粗い結晶粒子とサブマイクロメートルサイズの微細な結晶粒子から構成された柱状組織を示した。fcc相/bcc相が増大した300~400 °Cの熱処理後, 柱状組織が不明瞭になり, サブマイクロメートルサイズの微細粒子の存在比率が増大した。その際, 膜中に硫化物の顕著な偏析は確認されなかった。膜のCTEの顕著な低下を伴う500 °C熱処理後においては, fcc単相への変化及び粒成長組織が観察されるとともに, 粒界三重点に粒状のFeリッチなFe-Ni-S化合物が確認された。さらに600 °Cの熱処理後, Fe-Niマトリックスは再結晶・粒成長するとともに, 粒状Fe-Ni-S化合物の成長も観察された。今回得られたインバー合金めっき膜の微細組織の熱処理による変化は, 既報で示した膜の機械的特性の加熱による挙動と対応することが判明した。

(本研究は, 環太平洋電気化学大会2020にて発表した。)