

## SiC を共析させた複合無電解 Ni-P めっき皮膜の耐摩耗性評価

松田喜樹\*<sup>1</sup> 吉野順子\*<sup>1</sup> 野口裕臣\*<sup>1</sup>

## Wear-resistance of SiC Compositated Electroless Ni-P Plating

Yoshiki MATSUDA, Junko YOSHINO and Hiroomi NOGUCHI

無電解 Ni-P めっき皮膜中に平均粒径 10 μm と 1 μm の SiC 粒子を共析させた複合めっきを作製し、めっき浴の攪拌方法と複合粒子の粒径が耐摩耗性に及ぼす影響について検討した。耐摩耗性は大越式磨耗試験、往復運動平面磨耗試験により評価した。平均粒径 10 μm の粒子は、攪拌速度が上昇すると皮膜中の共析率が高くなり、300 回転/分で約 8wt% となったが、1 μm の粒子については、攪拌速度の上昇によっても共析率はあまり変わらず、約 3wt% であった。また、攪拌速度の上昇に伴い粒子が均一に共析しにくくなる傾向がみられた。

平均粒径 10 μm の粒子の複合めっき皮膜については、大越式磨耗試験では、いずれの攪拌速度でも比磨耗量が 0.02 μm<sup>2</sup>/N であり、攪拌速度の影響はほとんど見られなかったが、往復運動平面磨耗試験では、共析率の高い皮膜の磨耗減量が低下し、1 往復あたり 3 μg であった。

一方、平均粒径 1 μm の粒子の複合めっき皮膜は、大越式磨耗試験では比磨耗量が 0.03 μm<sup>2</sup>/N と 10 μm の粒子の複合めっき皮膜と比べ耐摩耗性が若干低下したが、往復運動磨耗試験では磨耗減量が 1 往復あたり 23 μg と耐摩耗性はそれほど高くはならなかった。

## 1. はじめに

自動車部品や航空機部材などの摺動部には、耐摩耗性を持たせるために、硬質クロムめっきが多く用いられている。しかし、クロムめっきには有害な酸化クロムを用いるため、将来的には環境への配慮から、クロムめっきの使用が規制される可能性がある。このため、クロムめっきに代わる耐摩耗性表面処理法が求められている。

その候補の一つとして複合めっきが挙げられる。めっき皮膜中に硬質粒子を共析させた複合めっきは金属単独では得られない耐摩耗性皮膜となる<sup>1-3)</sup>。複合めっき皮膜の粒子の共析率は粒子の添加量やめっき浴組成の他、めっき浴の攪拌方法が影響し<sup>1)</sup>、これらの要因により耐摩耗性も変わってくる。

これまでの報告では平均粒径の大きい粒子の方が共析率が比較的高く<sup>2)</sup>、耐摩耗性も高かった。しかし、大きい粒子を共析させた複合めっきを摺動部に施した場合には、相手材をかえって磨耗させてしまうおそれがあることから、本研究では細かい粒子を用いた複合めっきについても検討した。耐摩耗性評価は、これまでの往復運動平面磨耗試験によるアブレシブ磨耗に加

え、大越式磨耗試験の凝着磨耗についても行った。

## 2. 試験方法

## 2.1 複合めっき皮膜の作製

複合めっき皮膜のマトリックス(母相)には無電解 Ni-P めっきを用いた。その浴組成及び条件を表 1 に示す。添加する硬質粒子には炭化ケイ素(SiC)を用いた。粒径は、これまでの実験結果から比較的よく共析した平均粒径約 10 μm のものと、粒径の影響を調べるために約 1 μm のものを用いた。めっき浴に粒子を多く添加すると皮膜中への共析率は増加するが、10g/L 以上ではあまり共析率が変わらないことから<sup>2)</sup>、添加量は 10g/L とした。

表 1 めっきの浴組成及び条件

硫酸ニッケル	0.1 mol/L
次亜リン酸ナトリウム	0.3 mol/L
グリシン	0.1 mol/L
クエン酸 3 ナトリウム	0.1 mol/L
硝酸鉛	2 mg/L
pH	6
浴温度	80

\*1 加工技術部

複合めっき皮膜の作製には、図1に示す装置を用いた。攪拌には、回転速度を変えることができ、回転方向を一定時間毎に反転することができる攪拌機を用いた。一定時間毎に攪拌方向を反転させることにより粒子の共析率は増加することから1)本研究においては30秒間隔で反転させながら複合めっきを行った。なお、攪拌速度は100回転/分、300回転/分、500回転/分とした。

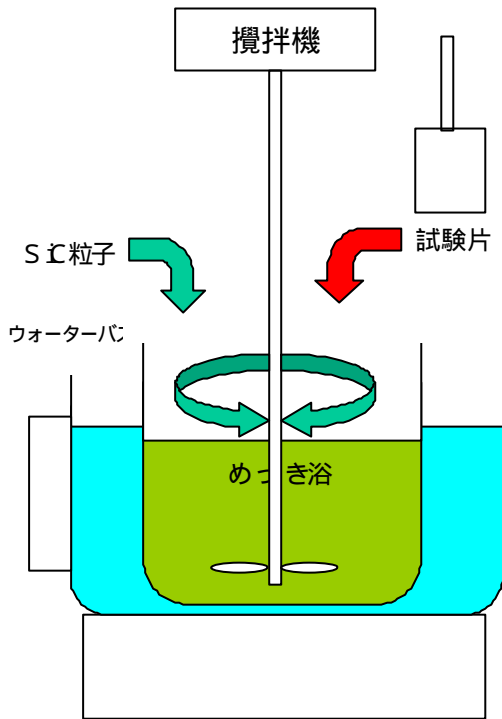


図1 複合無電解めっき装置

## 2.2 共析率の測定

作製した複合めっきの皮膜中に含まれる粒子の割合を示す共析率は次式により重量%として求めた<sup>4)</sup>。

$$\text{共析率 (wt \%)} = \frac{m}{W} = \frac{m_1 - m_0}{W_0 - W_1}$$

W : 複合めっき皮膜の質量

W<sub>0</sub> : 複合めっきを行った試験片の質量

W<sub>1</sub> : 複合めっきを濃硝酸にて溶解後の試験片質量

m : 複合めっきに共析している粒子の質量

m<sub>0</sub> : メンブレンフィルターの質量

m<sub>1</sub> : 複合めっきの溶解液濾過後のフィルター質量

また、この方法では全体の共析率は測定できるが、部分的に偏って共析している状態についてはわからないため、試験片の表面及びその反対側の面を観察し、画像解析によって、表面に露出している粒子の面積比

を求めた。

## 2.3 磨耗試験

耐磨耗性の評価は、大越式迅速磨耗試験機及び往復運動平面磨耗試験機を用いて行った。複合めっきを2時間行い、膜厚を約10μmつけたものを磨耗試験片とした。

大越式磨耗試験は、磨耗輪の回転速度 1.09m/s、摩擦距離 100m、最終荷重 22N の条件で試験を行い、比磨耗量にて耐磨耗性を評価した。

往復運動平面磨耗試験では、磨耗輪に取り付ける研磨紙に SiC の#400 を用い、荷重は 9.8N で行った。往復磨耗は表面調整のため 50 回の往復磨耗を行った後、150 回の往復磨耗を行い、その間の磨耗減量により耐磨耗性を評価した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 共析率と表面性状

複合めっき液に平均粒径 1μm もしくは 10μm の硬質粒子を添加し、攪拌速度 100 回転/分、300 回転/分、500 回転/分で攪拌し、30 秒間隔で攪拌方向を反転させながら複合めっきを行った。その攪拌速度と共析率の関係を図2に示す。10μm の粒子の共析率は、攪拌速度 100 回転/分で約 3wt%であったのに対し、300 回転/分では約 8wt%まで増加したが、500 回転/分の共析率は 300 回転/分に比べ、わずかな増加にとどまった。攪拌を行わない場合は皮膜中にほとんど共析しないと考えられることから、100 回転/分では攪拌が不十分であり、300 回転/分以上でめっき浴中に粒子が十分分散してめっき皮膜に取り込まれるものと考えられる。一方、1μm の粒子については、100 回転/分で約 3wt%となり、それ以降も共析率があまりかわらないことから、攪拌速度 100 回転/分で十分分散していると考えられる。

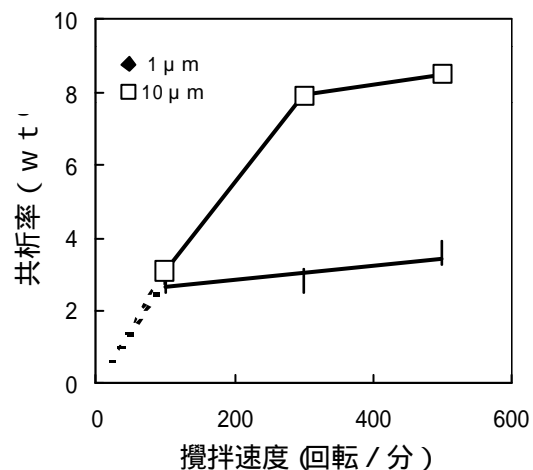


図2 攪拌速度と共析率

10 $\mu\text{m}$  の粒子の複合めっきの表面写真を写真1に、表裏各面で粒子が表面に占める割合を図3に示す。

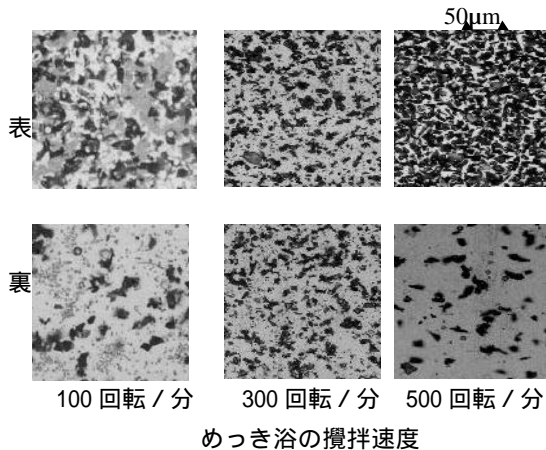


写真1 攪拌速度による複合めっきの表面性状  
SiC平均粒径：10 $\mu\text{m}$

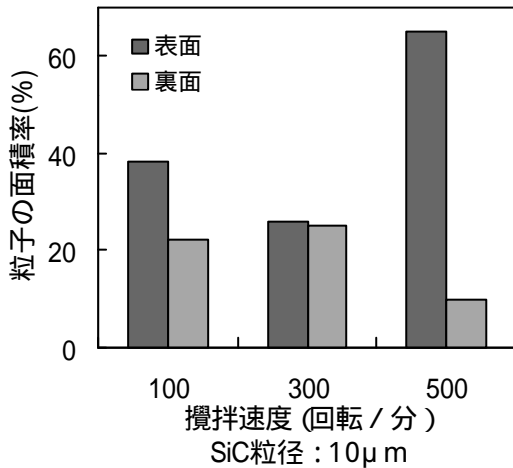


図3 試験片の表裏面による共析状態の差

ここで、粒子の多く入っている面を表とした。100回転/分、300回転/分ではあまり差がないが、500回転/分では表裏面での差が大きくなった。粒子が十分分散した後の攪拌速度の上昇は、全体の共析率にはあまり影響しないが、粒子は均一分散しにくくなる傾向がみられた。前報<sup>1)</sup>では、100回転/分でも共析率は他と変わらなかったが、今回は共析率が下がった。この理由として100回転/分の低速では攪拌が不十分で沈降する粒子も発生し始め、この攪拌速度では安定した共析率が得られないことが明らかとなった。

平均粒径1 $\mu\text{m}$ の細かい粒子を用いた複合めっきの表面性状を写真2に示す。攪拌速度を変えても共析率はほぼ同じであったが、めっき表面への粒子の分散状態に少し差があり、攪拌速度が速いと粒子の凝集が解けて分散し、共析すると考えられる。

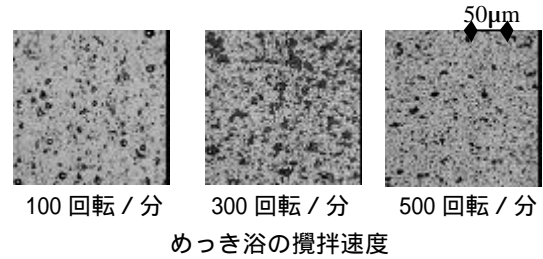


写真2 攪拌速度による複合めっきの表面性状  
SiC平均粒径：1 $\mu\text{m}$

### 3.2 耐磨耗性

耐磨耗性の評価は、まず、凝着磨耗である大越式磨耗試験により行った。結果を図4に示す。粒径10 $\mu\text{m}$ の粒子については攪拌速度によらず、比磨耗量はほぼ0.02 $\mu\text{m}^2/\text{N}$ であった。粒径1 $\mu\text{m}$ の粒子についても同様の傾向を示したが、全体的に比磨耗量が約0.04 $\mu\text{m}^2/\text{N}$ と、粒径10 $\mu\text{m}$ の粒子に比べ2倍近い値を示した。粒径10 $\mu\text{m}$ の粒子は攪拌速度により共析率が異なってくることから、1 $\mu\text{m}$ と10 $\mu\text{m}$ の比磨耗量の差は、共析率の差に起因するというより、粒径の影響によるものが大きいと考えられる。

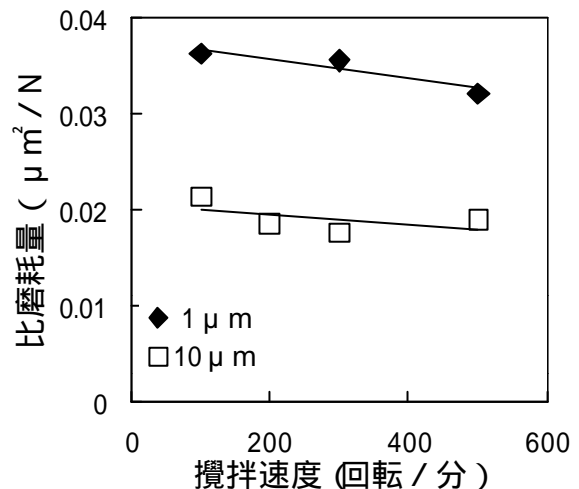


図4 大越式磨耗試験による耐磨耗性

次に、アプレシブ摩耗である往復運動平面磨耗試験でも耐磨耗性評価を行った。結果を図5に示す。なお、図には比較のために、SiC粒子を添加せずに当該速度で攪拌して作製した無電解Ni-Pめっき皮膜の耐磨耗性試験結果も示した。平均粒径1 $\mu\text{m}$ の細かい粒子を用い攪拌速度500回転/分で行った複合めっきの耐磨耗性については1往復あたりの磨耗減量23 $\mu\text{g}$ で、粒子の入っていない通常の無電解Ni-Pめっきの磨耗減量約40 $\mu\text{g}$ と比べおよそ半減しており、10 $\mu\text{m}$ の粒子の入った複合めっきについては、磨耗減量は3 $\mu\text{g}$ とさら

に5分の1以下になっている。図から攪拌速度による影響はほとんどなかったことが伺える。

アプレシブ磨耗の磨耗形態は、細かい粒子のほうが皮膜から脱落しやすくなると考えられるため、耐摩耗性に対する粒径の影響が凝着磨耗に比べ大きくなると考えられる。

細かい粒子ではアプレシブ磨耗より凝着磨耗に対して耐摩耗性に寄与する影響が大きいため、凝着磨耗での耐摩耗性の向上を目的とし、被めっき物自体を回転させて複合めっきを行う方法を試みた。このようにして作製した複合めっきの耐摩耗性試験結果を図6に示

す。めっき浴の攪拌速度と被めっき物の攪拌速度を単純には比較できないが、めっき浴を攪拌した場合に比べ、試験片を回転させた場合に多少の耐摩耗性の向上が認められた。表面写真を写真3に示す。粒子がより多く共析しており、これにより耐摩耗性が向上したと考えられる。

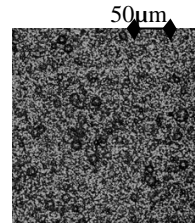


写真3 試験片を回転させて作製した複合めっき

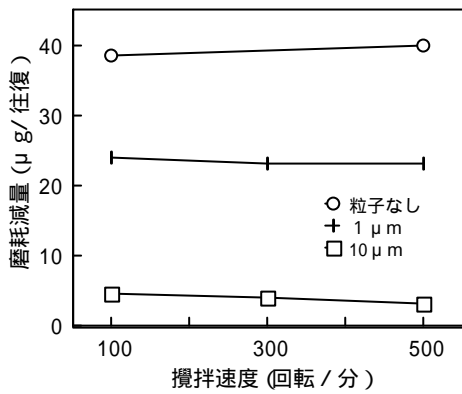


図5 往復運動平面摩耗試験による耐摩耗性

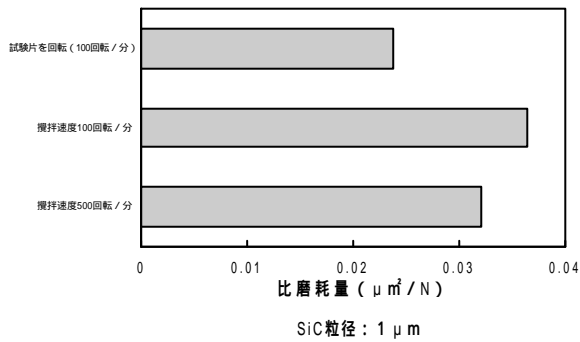


図6 攪拌方法が耐摩耗性に及ぼす影響

#### 4. 結 び

めっき浴の攪拌方法と複合粒子の粒径が耐摩耗性に及ぼす影響について検討した。粒径 10 μm の粒子については共析率も高く、耐摩耗性にも優れている。一方、粒径 1 μm の細かい粒子ではアプレシブ磨耗における耐摩耗性の向上は期待できない。しかし、凝着磨耗については、細かい粒子でも耐摩耗性に寄与できる可能性があり、攪拌方法により共析率を上昇させれば、凝着磨耗での耐摩耗性の向上が期待できる。

#### 参考文献

- 1) 松田ほか：愛知県工業技術センター研究報告、36、45(2000)
- 2) 松田ほか：愛知県工業技術センター研究報告、35、11(1999)
- 3) 松田ほか：愛知県工業技術センター研究報告、32、81(1996)
- 4) 松田ほか：愛知県工業技術センター報告、29、49(1993)