

銀めっきの微量成分の XAFS 分析

加藤雅章,松本宏紀 名古屋市工業研究所

キーワード:硬質銀めっき、セレン

1. 背景と研究目的

PHV、EV 等の電気駆動系の自動車の普及に伴い充電プラグや接点部品に銀めっきの利用が増加しており、銀めっき皮膜の電気抵抗特性や耐摩耗特性の向上が求められている。耐摩耗性を向上させるには材料の強さを増加させることが有効であり、銀めっきにおいては結晶粒を微細化させる効果のあるセレン化合物を添加したり、合金元素としてアンチモンを含有させた硬質銀めっきが利用されている($^{(1)}$)。銀めっきの特性を改善していくためには銀めっき皮膜のアンチモンやセレンの存在状態を調べる必要がある。アンチモンは銀めっき中に 4 wt%程度共析しており、ラボ機 XPS から金属状態で存在し、XRD の格子定数の変化から銀中に固溶していると考えられる。一方、セレンはラボの蛍光 X 線分析では検出できないほど低濃度である。そこで銀めっき皮膜中のセレンの含有量および化学状態を BL5S1 の蛍光 X 線分析および XAFS 法により分析した。

2. 実験内容

銅板を基板として膜厚 $10~\mu m$ の銀めっきを施したものをサンプルとした。硬質銀めっき浴(シアン化カリウム浴)、超硬質銀めっき浴(シアン化ナトリウム浴)において、アンチモン化合物の添加量を一定(標準量:0.65~g/L)として、セレン化合物の添加量を変化させためっき浴を用いて銀めっき皮膜を作製した。 $Se-K_XAFS$ スペクトルはBL5S1 において蛍光法により測定した。表 1 に BL5S1 の蛍光 X 線の強度から推定した Se の含有量を示す。硬質・超硬質銀めっきにおいてセレンは数 PDM アグーで共析していることが分かった。

表 1 銀めっきの浴中および蛍光 X 線から推 定した皮膜中のセレン濃度

No.	浴種	浴中濃度	皮膜中濃度	
		Se (mg/L)	Se (ppm)	
1	K浴	0.080	3.6	
2	"	0.027	2.1	
3	"	0.133	3.8	
7	Na 浴	0.044	1.7	
8	IJ	0.015	0.8	
9	"	0.075	3.4	

3. 結果および考察

図 1 は銀めっき皮膜中のセレンの NEXAS (Se-K) スペクトルである。ナトリウム浴とカリウム浴で NEXAFS の挙動はほぼ一致した。また浴中のセレン濃度を変化させた場合でも NEXAFS の挙動に変化は認められなかった。金属セレンに比べて吸収端の位置が低エネルギー側にシフトしていることから陰イオンとして銀めっき中に存在している可能性がある。

4. 参考文献

右田泰治、中島清、斎藤明夫:表面技術,43
(1992) 41.

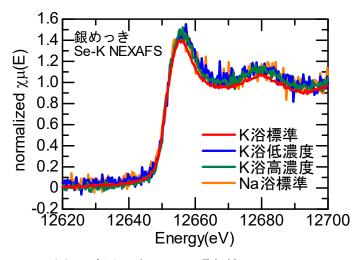


図 1 銀めっきの SeK 吸収端 XAFS