

Fe-Ni めっき膜の磁気特性に与える塩化物イオンの影響

柳井武志, 杉原健太, 幸田一輝, 江口和樹, 高嶋恵佑, 中野正基, 福永博俊 (長崎大学)

Effect of chloride ions on coercivity of electroplated Fe-Ni films

Takeshi Yanai, Kenta Sugihara, Kazuki Koda, Kazuki Eguchi, Keisuke Takashima,
Masaki Nakano, Hirotochi Hukunaga (Nagasaki University)

はじめに

めっき法は常温・常圧下で成膜が可能であり、装置も簡便であることから、磁性膜作製の手段として一つの有望な成膜方法である。本研究室ではこれまでに、センサ応用を鑑みた膜厚 10-20 μm 程度の Fe-Ni 系軟磁性めっき膜に関して、様々な検討・報告を行ってきた¹⁻²⁾。工業的な Ni めっきで広く用いられるワット浴では、陽極の Ni の不動態化抑制のため、例えば塩化ニッケルなどを用いて塩化物イオンがめっき浴へ供給される。一方で、過剰な塩化物イオンはめっき膜の内部応力を増加させることも知られており、磁気歪み現象を特徴とする強磁性体のめっき膜の磁気特性は塩化物イオンに影響を受けると予想される。我々のめっき膜作製過程においても通常陽極に Ni を用いることから、塩化物イオンは磁気特性に影響を与えられられる。そこで本稿では、塩化物イオン濃度を変化させためっき浴から Fe-Ni 膜を作製し、熱処理前後の保磁力の挙動に与える塩化物イオン濃度の影響を検討したのでその結果を報告する。

実験方法

Fe-Ni 膜の作製には定電流めっき法を用いた。Ni や Fe イオンの供給源には硫酸ニッケル、硫酸鉄や塩化鉄を使用した。塩化鉄はめっき浴内の塩化物イオン濃度を変化させるために使い、硫酸鉄を置換する形で加えた。その他、めっき浴にはクエン酸 (10 g/L)、サッカリンナトリウム (5 g/L) および NaCl (50 g/L) を添加した。陽極には Ni 板、陰極には Cu 板を用い、 $15 \times 5 \text{ mm}^2$ の $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$ 膜を Cu 板上に成膜した。電流密度は 0.2 A/cm^2 、浴温度は 50°C 、成膜時間は 5 min とした。軟磁気特性改善を目的に成膜後の試料に 300°C , 60 min の真空中熱処理を施した。

実験結果

Fig.1 に保磁力の塩化鉄置換量依存性を示す。Fig.1 には熱処理前後の結果を示した。塩化鉄置換による膜組成の変化は観測されず、 $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$ 付近の組成であった。熱処理前の試料においては塩化鉄量の増加に伴い保磁力の増加が観測され、熱処理後はほぼ一様の値を示した。本結果より、熱処理を用いない場合は塩化鉄置換が少ない (塩化物イオン濃度が低い) めっき浴からの試料作製が低保磁力を得る観点からは有利であることがわかった。Fig.2 に XRD パターンとシェラーの式から算出した熱処理前後の試料の結晶粒径を示す。熱処理前の試料では、塩化物イオン濃度が低い時に粒径が小さくなる傾向が得られ、微細な粒径が as-plated 状態での低保磁力に寄与したと考えられる。また、塩化物イオン濃度が高いほど熱処理後の粒径は小さな値となった。これらの結果は、塩化物イオンが軟磁気特性やマイクロ構造に影響を与えることを示唆しており、その関連性については現在検討を継続している。

参考文献

- 1) T. Shimokawa *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **48** (2012) 2907.
- 2) T. Yanai *et al.*, *IEEE Trans. Magn.*, **50** (2014) #200703.

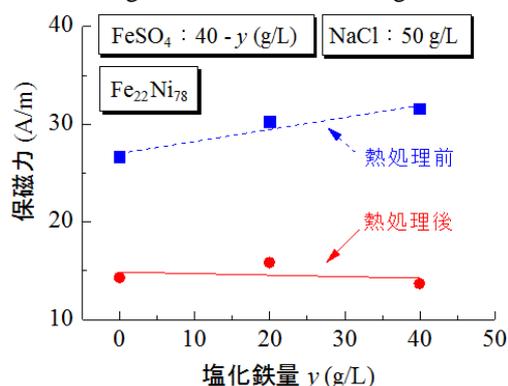


Fig.1 Coercivity of the as-plated $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$ films and the annealed ones as a function of FeCl_2 in the plating bath.

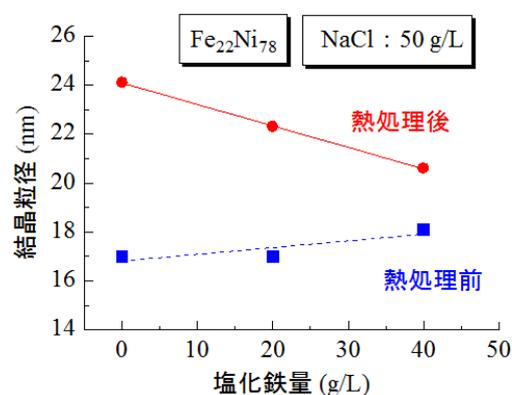


Fig.2 Grain sizes of the as-plated $\text{Fe}_{22}\text{Ni}_{78}$ films and the annealed ones as a function of FeCl_2 in the plating bath.