T2R2 東京工業大学リサーチリポジトリ
Tokyo Tech Research Repository

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	カーボンオニオン複合ニッケルめっきの作製およびその機械的特性評価
Title(English)	
著者(和文)	北野達也, 青野祐子, 平田敦
Authors(English)	Tatsuya Kitano, Yuko Aono, ATSUSHI HIRATA
出典(和文)	2014年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, , , pp. 557-558
Citation(English)	, , , pp. 557-558
発行日 / Pub. date	2014, 3

Powered by T2R2 (Tokyo Institute Research Repository)

Copyright © 2014 JSPE

カーボンオニオン複合ニッケルめっきの作製およびその機械的特性評価

東京工業大学　○北野　達也，青野　祐子，平田　敦

Preparation of Ni-carbon onion composite plating and characterization of its mechanical properties

Tokyo Institute of Technology ○Tatsuya KITANO, Yuko AONO, Atsushi HIRATA

Ni-carbon onion composite film prepared by electroless nickel plating was proposed and characterized. Four types of carbon onion were prepared from two raw materials (carbon black and nano diamond) and treatment using mix acid. Mean particle size of carbon onion in water was reduced by treatment using mix acid. It is indicated that dispersibility of carbon onions is improved. As a result of Raman spectroscopy, carbon onions treated using mix acid were composited in Ni plating film. Carbon onions were observed as aggregates in Ni matrix by FE-SEM. Friction coefficient of Ni-carbon onion composite plating film was 0.14, while Ni plating film without carbon onion had 0.18 of friction coefficient. Thus the proposed composite plating has a possibility to be used as a lubricant layer.

Keywords：composite plating, carbon onion, tribology, nickel

1.　はじめに

ナノカーボンの一種であるカーボンオニオンは，大気中だけでなく高温・真空中の過酷環境下においても高潤滑特性を示すことから固体潤滑材への応用が期待されている[1]．この高潤滑特性は，カーボンオニオンの最表面にダングリングボンドが少なく他の物質との相互作用が小さいことに関連していると考えられている．その反面，相互作用が小さいため安定した固定層の形成が困難という課題がある．

一方，めっき浴中に微粒子を分散させ金属と共析させ，新たな特性を付与する複合めっきという技術が存在する．複合めっきには，一般に無電解ニッケルめっきが用いられ，Ni めっき皮膜中に SiC を共析させることで高硬度・耐摩耗性を，PTFE を共析させることで自己潤滑性を付与させたものがある[2)3)]．

そこで本研究では，無電解ニッケルめっき皮膜中にカーボンオニオンを共析させることで，カーボンオニオンの固定層形成法を提案し，生成プロセスの異なるカーボンオニオンが複合めっき膜の潤滑特性に及ぼす影響を評価した．

2.　実験方法

2.1　カーボンオニオンの生成

カーボンオニオンは，高周波誘導加熱炉を使用し，アルゴン雰囲気中で原料炭素を 2000℃まで加熱し，1 分間保持することで生成した．カーボンオニオンの原料には，カーボンブラック，ナノダイヤモンドの 2 種類を用いた．

カーボンオニオンは，一次粒径が 10～20nm 程度であるが，一部は凝集し，水に対する分散性が低い．そこで，カーボンオニオンの分散性の向上を狙い，混酸処理を行った．混酸には，硫酸(濃度 98%)10ml に対し硝酸(濃度 60%)30ml を混合したものを使用した．この混酸にカーボンオニオンを 0.3g 加え，10 分間の超音波処理を行った後，200℃で 1 時間加熱処理を行った．処理後，遠心分離器によってカーボンオニオンと混酸を分離し，混酸を除き，純水を加えて遠心分離を繰り返した．遠心分離してもカーボンオニオンが沈殿しなくなるまでこの工程を行い，その後，溶液を乾燥させることで混酸処理を行ったカーボンオニオン粉末を生成した．

本研究では，原料および混酸処理の有無の異なる 4 種類のカーボンオニオンを用意した．それぞれの条件を表 1 に示す．

Table1 Conditions of carbon onions

	Raw material	Treatment of mix acid
CO1	Carbon black	×
CO2	Nano diamond	×
CO3	Carbon black	○
CO4	Nano diamond	○

2.2　カーボンオニオン複合ニッケルめっきの作製

複合めっき皮膜の作製には，無電解ニッケルめっき液(トップニコロン BL，奥野製薬工業株式会社)を用いた．めっきを施す共試材には S45C を使用した．前処理として，研削および研磨を行うことで表面粗さを 0.1μmRa 程度に統一し，めっきを行う直前にアセトンを用いた超音波洗浄，塩酸による酸化膜の除去，Sn を介して触媒となる Pd を表面に吸着させた[4)]．無電解ニッケルめっき液中に各カーボンオニオンを 1g/L 添加し，スターラーで攪拌を行いながら複合めっきを行った．実験条件を表 2 に示す．

Table2 Condition of plating test

Plating time	15minutes
Rotator	100rpm
pH	4.5
Temperature	75℃
Thickness	2μm

3.　結 果

3.1　粒径分布測定

混酸処理による分散性の変化を調べるため，水中におけるカーボンオニオンの粒径分布測定を行った．結果を表 3 に示す．各原料のカーボンオニオンに対し，混酸処理を行うことで，平均粒径が小さくなる．また，図 1 は水溶媒に一定量のカーボンオニオンを加え超音波処理後 1 時間放置した後の様子である．この結果からも，混酸処理によって分散性が向上したことがわかる．

Copyright © 2014 JSPE

Table3 mean particle size of carbon onion

Sample	CO1	CO2	CO3	CO4
Mean particle size (nm)	234	517	178	145

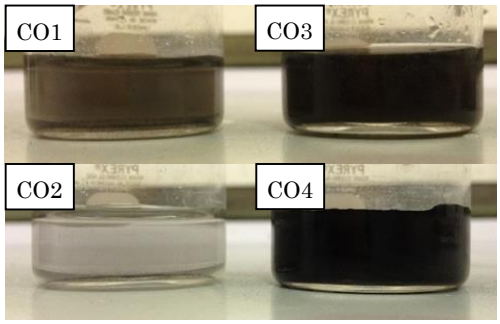

Fig.1 Dispersibility of carbon onion in water

3.2 ラマン分光分析

複合めっき皮膜中にカーボンオニオンが共析されているかを判断するためにラマン分光分析を行った．その結果を図2に示す．カーボンオニオンは，1350cm^{-1} 付近の D-band と 1580cm^{-1} 付近の G-band にピークを示すが，下の結果から混酸処理を行っていないカーボンオニオンでは，ピークが見られず共析していないことがわかる．一方，混酸処理を行ったものでは，ピークが見られることから共析していることがわかる．

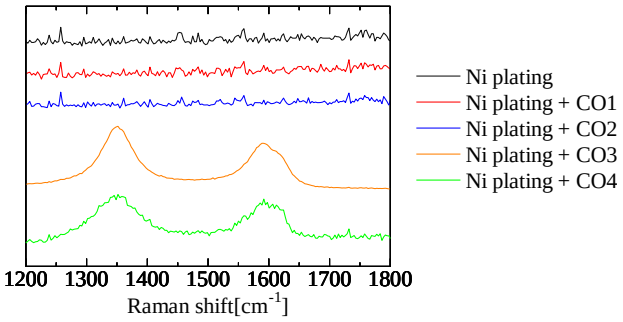

Fig.2 Raman spectra of specimens

3.3 FE-SEM による観察

FE-SEM を用いて複合めっき膜の表面を観察した．FE-SEM 像を図 3 に示す．Ni めっきの膜に対し，カーボンオニオンを共析させた皮膜には，カーボンオニオンが凝集した状態で共析している部分を観察できた．

3.4 摩擦試験

作製した複合めっき膜について，ボールオンディスク摩擦試験機で摩擦係数を測定した．相手材のボールには直径 3/16inch の SUS440C 球を使用し，真空中，負荷荷重 0.05N，すべり速度 6.4mm/s で試験を行った．試験結果を表4に示す．カーボンオニオンを共析させることで摩擦係数が低下していることがわかる．

Table4 Friction coefficient

Ni plating	Ni plating + CO3	Ni plating + CO4
0.18	0.16	0.14

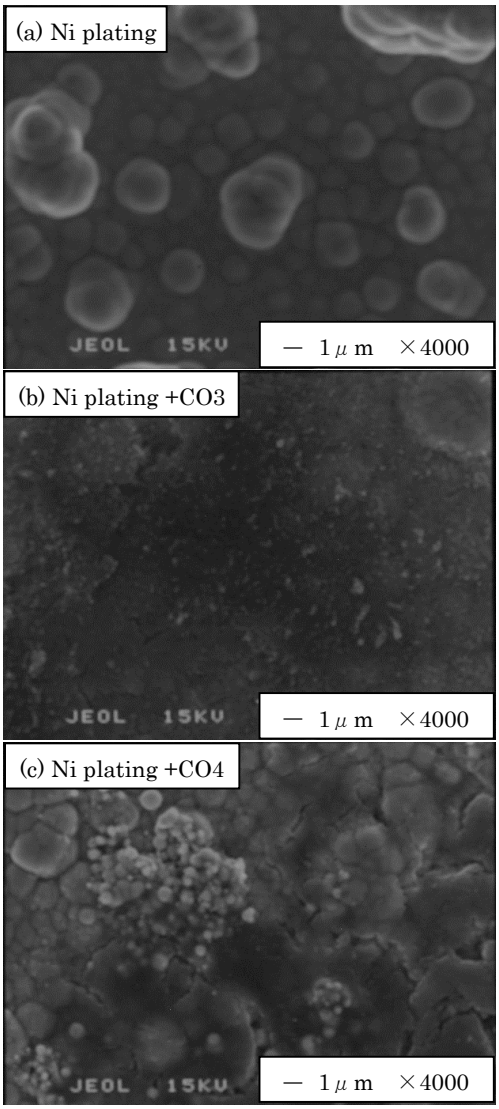

Fig.3 FE-SEM images of surface of specimens

4. まとめ

4 種類のカーボンオニオンを用いて複合ニッケルめっき膜を作製し，ラマン分光分析，摩擦試験，FE-SEM による観察を行った．その結果を以下にまとめる．

(1) カーボンオニオンに混酸処理を行うことで水への分散性を向上させることができた．また，分散性を向上させることでカーボンオニオンをニッケルめっき皮膜中に共析させることが可能となった．

(2) カーボンオニオンを共析させた複合めっき皮膜では，ニッケルめっきに比べ摩擦係数が低下した．

参考文献

1) 垣内孝宏，平田敦：オニオン構造フラーレンの多量生成および潤滑材への適用，精密工学会誌，67,7 (2001)1175.

2) 松原浩：無電解ニッケルめっき膜中へのナノダイヤモンド粒子の共析，表面技術，57，(7)，484，(2006).

3) 榎本英彦，吉川直治，松村宗順：複合めっき，日刊工業新聞社，(1989)84.

4) 神戸徳蔵：NP シリーズ無電解めっき，槇書店，(1984)15.