Ni/Fe 多層電析膜からの Ni-Fe 合金層の作製

吉村俊一*, 吉原佐知雄*, 白樫高史*, 佐藤栄一*

Preparation of Nickel-Iron Alloy from Electrodeposited Ni/Fe Multilayer Films

Shun-ichi YOSHIMURA*, Sachio YOSHIHARA*,
Takashi SHIRAKASHI* and Eiichi SATO*

Key Words : NiFe, Heat Treatment, Multilayered Films, Magnetic Properties

1. 緒 言

ニッケルを35~90%含む Ni-Fe 合金は一般にパーマロイと呼ばれ、従来から代表的な軟磁性材料としてエレクトロニクスの分野で広く用いられてきた。近年、コンピュータのハードディスクドライブに用いられている薄膜ヘッドは、電気めっき法により作製された Ni-Fe 合金薄膜がパターンめっき技術の進歩とあいまって広く利用されている^{1), 2)}。

一般に Ni-Fe 合金めっき液は Ni 塩と Fe 塩の混合液であり、各塩濃度や電解条件により合金組成を制御している³⁾。しかし、Ni と Fe は電気化学的に卑な金属の方が優先的に析出する「変則共析」現象を示すため、局所電流分布の変化による組成変動の問題、各種添加剤を加えるためにその管理の問題、更にこれらによる特性の不安定性の問題など課題が多くある⁴⁾。

本研究では、Ni 層と Fe 層を 2 つの電気めっき槽を用いて、それぞれ任意のめっき厚で多層析出させ、その後熱処理を施すことにより Ni/Fe 組成比の異なる合金の作製を試みた。また、得られためっき膜の磁気特性の変化についても検討した。

2. 実験方法

電解液は表 1 に示した Ni めっき液と Fe めっき液をそれぞれ 500dm³ 使用し、かく拌はスターラーかく拌とした。下地基板は 99.99% の多結晶無酸素銅板を用い、エメリー紙研磨とバフ研磨をした後、被めっき面積が 4 cm² になるようにエポキシ樹脂により周辺を絶縁塗布した。さらに、電解脱脂、酸浸せきを行い、その後電析した。電析は定電流電解により行い、対極には白金被覆チタン電極を用いた。電解電流密度は 50mA/cm² 一定の条件で、電解時間によって電析膜の厚さを変化させた。Ni/Fe 多層電析膜は、Fe → Ni → Fe → Ni → … の順に電析し、表 1 に示した厚さの試料を作製した。熱処理は水素ガス雰囲気炉内で 400~800℃ の温度で 2 時間の熱処理を行った。温度の昇降速度は、5℃/min とした。

電析膜断面の多層構造の状態は、試料をエポキシ樹脂に埋め込み、断面を研磨して金蒸着した後、波長分散型電子線マイクロアナライザーを使用して線分析を行い、Ni と Fe の拡散状態を観察した。磁気特性は振動試料型磁力計を使用し、最大印加磁場 2 kOe までの面内磁化曲線の測定を行った。

3. 結果と考察

* 宇都宮大学 工学部 (〒321 栃木県宇都宮市石井町 2753)
Fac. of Eng., Utsunomiya Univ. (2753, Ishii-machi,
Utsunomiya-shi, Tochigi 321)

図 1 は、試料 No. 3 の試験片の断面写真と EPMA 線分析による元素の分布状態の観察結果を示している。断面

Table 1 The solutions composition for electroplating, electrolytic conditions and constitutions of Ni/Fe multilayered films.

NiSO ₄ · 6 H ₂ O		0.91mol/dm ³	25℃ pH=4	FeSO ₄ · 4 H ₂ O		0.86mol/dm ³	25℃ pH=3
NiCl ₂ · 6 H ₂ O		0.19mol/dm ³		FeCl ₂ · 4 H ₂ O		0.20mol/dm ³	
H ₃ BO ₃		0.40mol/dm ³		NH ₄ Cl		0.56mol/dm ³	
Specimens No.	Ni-thickness × layer number	Fe-thickness × layer number		Total thickness	Ni/Fe ratio		
No. 1	0.25 μm × 8	1.0 μm × 8		10.0 μm	20%		
No. 2	0.5 μm × 7	1.0 μm × 7		10.5 μm	33%		
No. 3	1.0 μm × 5	1.0 μm × 5		10.0 μm	50%		
No. 4	1.0 μm × 7	0.5 μm × 7		10.5 μm	67%		
No. 5	1.0 μm × 8	0.25 μm × 8		10.0 μm	80%

Fig. 1 Cross sectional SEM photographs and EPMA line profile of Ni and Fe of images of Ni/Fe multilayered films (No 3) after heat treatment at various temperature.

Fig. 2 Effect of Ni ratio in film on coercive force of Ni/Fe multilayered films.

○ : as-deposited, ● : heat treatment of 800°C

写真により白黒の組成像として層構造がよく見られるが、この層構造は500°C以下の熱処理でもまだその境界面が観察される。しかし、600°C以上ではその境界面が曖昧になっている。また、EPMA線分析による元素の分布状態からも同様な結果を示しており、500°C以下ではNi元素とFe元素は各電析層だけに分布している。しかし、600°C以上ではNi元素とFe元素の境界はブロードになり、それぞれの元素の拡散が起こっていることを示している。さらに、800°Cではそれぞれの元素が電析膜全体に均一に分布していることから、Ni層とFe層は熱処

理によりNi-Fe合金に変化したと考えられる。

図2は800°Cの熱処理によって作製したNi-Fe合金のNi組成比と保磁力との関係を示している。熱処理しないもの(多層構造のもの)に比べ、800°Cで熱処理して得られたNi-Fe合金はNiの組成比が33%以上で保磁力が著しく小さくなった。特にNiの組成比が80%のとき、保磁力は1.2Oeと最も小さくなり、熱処理前のNi/Fe多層電析膜の磁気特性と著しく異なった特性を示した。これは熱処理により生成したNi-Fe合金の磁気特性に変化したためと考えられる。

4. 結 言

以上のようにNi/Fe多層電析膜からのNi-Fe合金の作製について検討を行った結果、次の知見が得られた。

- (1) Ni/Fe多層電析膜に600°C以上の熱処理を施すとそれぞれの金属原子が拡散し、Ni-Fe合金に遷移していくことが明らかになった。
- (2) NiとFeの多層電析膜からのNi-Fe合金層の作製は、各層の電析時間と熱処理温度を制御するだけで組成の異なる合金層を容易に作製することができた。

(1993-11-1 受理)

文 献

- 1) 戸島知之; 実務表面技術, 33, 353 (1986)
- 2) K. Ohashi, M. Ito, T. Maruyama; *Proc. Simpo. Magn. Mat.*, PV-90-8, 247 (1990)
- 3) M. Lieder, S. Bialozor; *Surf. Tech.*, 26, 23 (1985)
- 4) 逢坂哲編; 湿式法を利用したエレクトロニクス高機能薄膜作製法, p.11 (広信社・総合工学出版会, 1992)