

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号
特許第7640927号
(P7640927)

(45)発行日 令和7年3月6日(2025.3.6)

(24)登録日 令和7年2月26日(2025.2.26)

(51)国際特許分類		F I	
C 2 5 D	5/26 (2006.01)	C 2 5 D	5/26 J
C 2 2 C	19/03 (2006.01)	C 2 2 C	19/03 L
C 2 5 D	5/12 (2006.01)	C 2 5 D	5/12
C 2 5 D	5/40 (2006.01)	C 2 5 D	5/40
H 0 1 M	50/536 (2021.01)	H 0 1 M	50/536
請求項の数 9 (全21頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2024-534442(P2024-534442)	(73)特許権者	000006655
(86)(22)出願日	令和6年2月7日(2024.2.7)		日本製鉄株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2024/004074		東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
審査請求日	令和6年6月10日(2024.6.10)	(74)代理人	100149548
早期審査対象出願			弁理士 松沼 泰史
		(74)代理人	100140774
			弁理士 大浪 一徳
		(74)代理人	100134359
			弁理士 勝俣 智夫
		(74)代理人	100188592
			弁理士 山口 洋
		(74)代理人	100217249
			弁理士 堀田 耕一郎
		(74)代理人	100221279
			弁理士 山口 健吾
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 表面処理鋼板、表面処理鋼板の製造方法、及び電池部品の製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

母材鋼板と、
前記母材鋼板の表面に配されたN i含有層と、
前記N i含有層の表面に配されたN i－W合金層と、
を備え、
前記N i含有層が、F e拡散合金層を有し、
前記N i－W合金層が多孔質である
表面処理鋼板。

【請求項2】

前記N i－W合金層における平均W濃度が、10～45質量%である
ことを特徴とする請求項1に記載の表面処理鋼板。

【請求項3】

前記N i－W合金層の厚さが0.01～2.0μmである
ことを特徴とする請求項1又は2に記載の表面処理鋼板。

【請求項4】

前記N i含有層及び前記N i－W合金層に含まれるN i付着量が1.8～35.6g／
m²である
ことを特徴とする請求項1又は2に記載の表面処理鋼板。

【請求項5】

前記 F e 拡散合金層の厚さが、 $0.1 \sim 3.0 \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の表面処理鋼板。

【請求項 6】

前記 N i 含有層の一部のみが前記 F e 拡散合金層であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の表面処理鋼板。

【請求項 7】

前記 N i 含有層の全てが前記 F e 拡散合金層であり、且つ、前記 N i - W 合金層の一部が前記 F e 拡散合金層である

ことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の表面処理鋼板。

【請求項 8】

タブと、請求項 1 又は 2 に記載の表面処理鋼板とを抵抗溶接する工程を備える電池部品の製造方法。

【請求項 9】

前記抵抗溶接における溶接電圧を $2.0 \text{ V} \sim 3.5 \text{ V}$ とし、
前記抵抗溶接における通電時間を $1.0 \text{ ms} \sim 10.0 \text{ ms}$ とすることを特徴とする請求項 8 に記載の電池部品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、表面処理鋼板、表面処理鋼板の製造方法、及び電池部品の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来から、電池缶用の表面処理鋼板として、N i めっき鋼板が使用されている。N i めっき鋼板は、N i の優れた化学的安定性から、例えば、アルカリマンガン乾電池、リチウムイオン電池、ニッケル水素電池の電池缶等といった、各種の電池容器に用いられる。

【0003】

近年は、N i 及び W の合金を主成分とする N i - W 合金めっき鋼板も、電池缶等の材料として用いられ始めている。N i - W 合金めっき鋼板の例は、特許文献 1 ～ 4 に記載の鋼板である。

【0004】

特許文献 1 は、鋼板の電池容器内面となる側の鋼板上に、下から順に鉄 - ニッケル合金層、ニッケル層、ニッケル - タングステン合金層が形成されてなることを特徴とする電池容器用めっき鋼板を開示している。

【0005】

特許文献 2 は、プレス成型によって成型される容器用 N i 含有表面処理鋼板であって、前記プレス成型後に前記容器の外側となる第 1 面を有する鋼板と、前記鋼板の前記第 1 面上に配された N i 含有層と、前記 N i 含有層上に配された N i - W 合金めっき層と、を備える。前記 N i 含有層が F e - N i 拡散合金層を有し、前記 N i 含有層中に含まれる N i 量が 5 g/m^2 以上 89 g/m^2 以下であり；前記 N i - W 合金めっき層の厚みが $0.02 \mu\text{m}$ 以上 $2 \mu\text{m}$ 以下であり；前記 N i - W 合金めっき層中の W 濃度が、質量%で、 10% 以上 65% 以下である表面処理鋼板を開示している。

【0006】

特許文献 3 は、鋼板と、前記鋼板の表面に形成され、N i - W - F e 合金を含有し、非水電解液二次電池ケースの内面となる N i - W - F e 合金めっき層とを備える非水電解液二次電池ケース用鋼板を開示している。

【0007】

特許文献 4 は、インサイドアウト型のアルカリ電池の電池缶に用いられる鋼板であって、板状の鋼材からなる基材の一主面の表層に、ニッケル - タングステン (N i - W) およびニッケル - コバルト - タングステン (N i - C o - W) 合金から選択されるメッキ層を有し、前記メッキ層は、表面に前記タングステンの溶出により形成された凹凸を有するこ

10

20

30

40

50

とを特徴とする、アルカリ電池缶用鋼板を開示している。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【文献】特開2007-51325号公報

【文献】国際公開第2012/137823号

【文献】国際公開第2017/006834号

【文献】特開2020-155202号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

電池缶には、タブを抵抗溶接する。タブは通常、ニッケル、及び銅などの電気抵抗が小さい材質から構成される薄板である。タブは電気抵抗値が低く、且つ薄いので、タブを電池缶に抵抗溶接することは非常に難しい。なぜなら、抵抗溶接の際に、タブに抵抗発熱が生じ難いからである。

【0010】

溶接電流値を増大させると、抵抗発熱量を高めることが可能である。しかしながら、大電流を用いて抵抗溶接を行うと、薄いタブには穴が開いてしまい、使用に供することができなくなる。従って、タブを抵抗溶接する際に適正電流範囲の低減をすることが可能な電池缶用の表面処理鋼板が強く求められている。

【0011】

適正電流範囲とは、溶接不良を生じさせることなく抵抗溶接が可能な溶接電流値の範囲のことである。通常、適正電流範囲の下限値を下回る溶接電流は、溶接母材である表面処理鋼板及びタブを溶融させることができず、両者を接合するナゲットを形成できない。また、適正電流範囲の上限値を上回る溶接電流は、溶接母材の損傷を生じさせる。

【0012】

特許文献1では、接触抵抗の抑制及び放電特性の向上が課題とされているが、めっき鋼板とタブとの溶接性に関して、特段の検討はなされていない。

【0013】

特許文献2では、プレス成型後の耐食性の向上が課題とされているが、めっき鋼板とタブとの溶接性に関して、特段の検討はなされていない。

【0014】

特許文献3では、電池ケースの電位が上昇した場合における、金属溶出に伴う電池性能の劣化やケースの腐食を抑制することが課題とされているが、めっき鋼板とタブとの溶接性に関して、特段の検討はなされていない。

【0015】

特許文献4では、鋼板の高負荷放電性能及び長期保存性能の向上が課題とされているが、めっき鋼板とタブとの溶接性に関して、特段の検討はなされていない。

【0016】

以上の事情に鑑みて、本発明は、加工性を損なうことなく電池用のタブを抵抗溶接する際の適正電流範囲を低減することが可能な表面処理鋼板及びその製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0017】

本発明の要旨は以下の通りである。

【0018】

(1) 本発明の一態様に係る表面処理鋼板は、母材鋼板と、前記母材鋼板の表面に配されたNi含有層と、前記Ni含有層の表面に配されたNi-W合金層と、を備え、前記Ni含有層が、Fe拡散合金層を有し、前記Ni-W合金層が多孔質である。

(2) 好ましくは、上記(1)に記載の表面処理鋼板では、前記Ni-W合金層における

10

20

30

40

50

平均W濃度が、10～45質量%である。

(3) 好ましくは、上記(1)又は(2)に記載の表面処理鋼板では、前記Ni-W合金層の厚さが0.01～2.0μmである。

(4) 好ましくは、上記(1)～(3)の何れか一項に記載の表面処理鋼板では、前記Ni含有層及び前記Ni-W合金層に含まれるNi付着量が1.8～35.6g/m²である。

(5) 好ましくは、上記(1)～(4)の何れか一項に記載の表面処理鋼板では、前記Fe拡散合金層の厚さが、0.1～3.0μmである。

(6) 好ましくは、上記(1)～(5)の何れか一項に記載の表面処理鋼板前記Ni含有層の一部のみが前記Fe拡散合金層である。

(7) 好ましくは、上記(1)～(6)の何れか一項に記載の表面処理鋼板では、前記Ni含有層の全てが前記Fe拡散合金層であり、且つ、前記Ni-W合金層の一部が前記Fe拡散合金層である。

【0019】

(8) 本発明の別の態様に係る表面処理鋼板の製造方法は、母材鋼板に電気Niめっきする工程と、Niめっき層を有する前記母材鋼板を酸洗する工程と、前記Niめっき層を有する前記母材鋼板に電気Ni-W合金めっきをする工程と、前記Niめっき層、及びその上に配されたNi-W合金層を有する前記母材鋼板を焼鈍する工程と、を備え、前記酸洗において、酸洗用の浴を70～100g/L硫酸浴とし、前記酸洗において、前記Niめっき層を有する前記母材鋼板を前記浴に浸漬する時間を25～35秒とし、前記焼鈍における焼鈍温度を630～860℃とし、前記焼鈍における焼鈍時間を10～180sとする。

【0020】

(9) 本発明の別の態様に係る電池部品の製造方法は、タブと、上記(1)又は(2)に記載の表面処理鋼板とを抵抗溶接する工程を備える。

(10) 好ましくは、上記(9)に記載の電池部品の製造方法では、前記抵抗溶接における溶接電圧を2.0V～3.5Vとし、前記抵抗溶接における通電時間を1.0ms～10.0msとする。

【発明の効果】

【0021】

本発明によれば、加工性を損なうことなく電池用のタブを抵抗溶接する際の適正電流範囲を低減することが可能な表面処理鋼板及びその製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0022】

【図1】本実施形態に係る表面処理鋼板の一例の断面概略図、及びNi-W合金層の拡大図である。

【図2】本実施形態に係る表面処理鋼板の別の例の断面概略図である。

【図3A】本実施形態に係る表面処理鋼板のNi-W合金層の一例のTEM観察写真である。

【図3B】本実施形態に係る表面処理鋼板のNi-W合金層の一例のTEM観察写真である。

【図3C】本実施形態に係る表面処理鋼板のNi-W合金層の一例のTEM観察写真である。

【図4】本実施形態に係る表面処理鋼板の製造方法の一例を説明するフローチャートである。

【発明を実施するための形態】

【0023】

(1. 表面処理鋼板1)

本発明の一態様に係る表面処理鋼板1は、図1等にも示すように、母材鋼板11と、母材鋼板11の表面に配されたNi含有層12と、Ni含有層12の表面に配されたNi-W

10

20

30

40

50

合金層 13 と、を備え、Ni 含有層 12 が Fe 拡散合金層 14 を有し、Ni-W 合金層 13 が多孔質である。以下、本実施形態に係る表面処理鋼板 1 について詳細に説明する。なお、Ni 含有層 12 及び Ni-W 合金層 13 を含むめっき層全体を、単に「めっき層」と称する場合がある。

【0024】

(母材鋼板 11)

表面処理鋼板 1 は、母材鋼板 11 を有する。母材鋼板 11 は、表面処理鋼板 1 の基材となる鋼板である。母材鋼板 11 の成分、板厚、及び金属組織などは特に限定されず、表面処理鋼板 1 の用途に応じて適宜選択することができる。

【0025】

(Ni 含有層 12)

表面処理鋼板 1 は、母材鋼板 11 の表面に配された Ni 含有層 12 を有する。Ni 含有層 12 は、母材鋼板 11 の表面に設けられた、Ni を含有する層である。Ni 含有層 12 は、母材鋼板 11 の一方の表面のみに設けられていてもよいし、両方の表面に設けられていてもよい。

【0026】

(Ni-W 合金層 13)

表面処理鋼板 1 はさらに、Ni 含有層 12 の表面に配された Ni-W 合金層 13 を有する。Ni-W 合金層 13 は、Ni を主成分とし、さらに W を含有する合金めっき層である。Ni-W 合金めっきは、Ni よりも硬質である。化学成分のめっき層表面からの深さ方向分布を測定可能な分析方法であるグロー放電発光分析を用いて、めっき層の成分分布を分析することにより、W 濃度が高い Ni-W 合金層 13 と、W 濃度が低い Ni 含有層 12 とを区別することができる。

【0027】

Ni-W 合金層 13 を、母材鋼板 11 の一方の表面のみに設けてもよいし、両方の表面に設けてもよい。Ni-W 合金層 13 の表面に、塗膜などの表面処理層をさらに設けてもよい。

【0028】

(Fe 拡散合金層 14)

Ni 含有層 12 の少なくとも一部は、Fe 拡散合金層 14 である。即ち、Ni 含有層 12 は、Fe 拡散合金層 14 を有する。Fe 拡散合金層 14 とは、めっき層の内部に母材鋼板 11 の Fe が拡散して形成された合金層のことである。Fe 拡散合金層 14 は、例えば母材鋼板 11 の表面にめっきをして、次いで焼鈍などの合金化処理することにより得られる。

【0029】

図 1 に例示する断面模式図では、Ni 含有層 12 の一部のみが、母材鋼板 11 に接する Fe 拡散合金層 14 である。一方、図 2 に例示するように、Ni 含有層 12 の全てが Fe 拡散合金層 14 であってもよい。また、図 2 に例示するように、Fe 拡散合金層 14 が Ni-W 合金層 13 まで及んでもよい。即ち、Ni-W 合金層 13 が Fe 拡散合金層 14 を有していてもよい。Ni-W 合金層 13 の一部のみが Fe 拡散合金層 14 であってもよいし、Ni-W 合金層 13 の全てが Fe 拡散合金層 14 であってもよい。Ni 含有層 12 に形成された Fe 拡散合金層 14 を Ni-Fe 合金層と称し、Ni-W 合金層 13 に形成された Fe 拡散合金層 14 を Ni-W-Fe 合金層と称してもよい。一般に、Ni 含有層 12 の一部のみが Fe 拡散合金層 14 である表面処理鋼板、及び、Ni 含有層 12 の全てが Fe 拡散合金層 14 であり且つ Ni-W 合金層 13 の一部のみが Fe 拡散合金層 14 である表面処理鋼板を、部分拡散めっき鋼板と称する。また、Ni 含有層 12 及び Ni-W 合金層 13 の全てが Fe 拡散合金層 14 である表面処理鋼板を、全拡散めっき鋼板と称する。

【0030】

(Ni-W 合金層 13 の多孔質構造)

本実施形態に係る表面処理鋼板 1 の Ni-W 合金層 13 は、多孔質である。即ち、図 1

10

20

30

40

50

の模式図、及び図3A～図3Cの拡大写真に示すように、Ni-W合金層13は多数のボイドBを有する。ボイドBはきわめて小さく、その径は5nm～10nm程度である。Ni-W合金層13の断面を、高分解能のTEMで観察することにより、その存在を特定することができる。なお、Ni-W合金層13に含まれるボイドBは、ピンホールとは異なる概念である。ピンホールとは、めっき層の表面から母材銅板まで貫通する、微細かつ長い孔のことである。一方、本実施形態に係る表面処理銅板1のNi-W合金層13が有するボイドBは、粒状である。

【0031】

Ni-W合金層13の断面写真の一例を、図3A～図3Cに示す。図3A～図3Cの写真は、同一領域のBF(Bright-Field)像、HAADF(high-angle annular dark field)像、並びにFe、Ni、O及びWの元素マッピング像である。HAADF像の中央から上部にかけて存在する白色部は、Ni-W合金層13である。HAADF像の下部に存在する灰色部は、Ni含有層12である。Ni-W合金層13のHAADF像は、小さい多数の暗色の点を含む。この点がボイドBである。HAADF像では、紙面垂直方向に質量密度が小さい場所を暗く示す。図3BのHAADF像における暗色の点は、その周囲よりも質量密度が小さい。Ni-W合金層13には軽元素を意図的に添加していないので、暗色部に軽元素が偏析していることは考えられない。そのため、図3BのHAADF像における暗色の点はボイドBであると考えられる。

【0032】

図3BのHAADF像では、多数のボイドBのうち1つを、破線で囲んで示している。図3BのHAADF像に示すように、本実施形態に係る表面処理銅板1では、Ni-W合金層13の断面全体にわたって多数のボイドBが形成されている。一方、ボイドBが生じていない場合、Ni-W合金層13のTEM写真は平坦な色調となる。従って、高解像度のTEM観察を行うことにより、Ni-W合金層13が多孔質であるか否かを容易に判定することができる。

【0033】

(作用効果)

本実施形態に係る表面処理銅板1は、Ni-W合金層13を有する。Wは、めっき層の電気抵抗を上昇させる働きを有する。従って、Ni-W合金層13は、表面処理銅板1の表面抵抗を高め、溶接性を向上させる。

【0034】

しかし、WはNiめっき層を硬質化させて、その加工性を損なう。加工性が低いめっき層には、プレス成型などの際にクラックが生じやすい。クラックとは、めっき層の表面から母材まで及ぶ割れのことである。クラックは母材をめっきの外部に露出させて、母材の腐食を促進する。Niめっき、及びNi-W合金めっきは犠牲防食効果を有しないので、Niめっき銅板やNi-W合金めっき銅板は、めっきのクラックを起点として腐食しやすい。

【0035】

本発明者らは、めっき層の加工性を向上させるために、Ni-W合金層13と母材銅板11との間にNi含有層12を設けた。さらに、少なくともNi含有層12の一部を合金化させた。Ni含有層12及びFe拡散合金層14は、クラックが母材銅板11まで進展することを阻止し、ひいては母材銅板11が腐食環境に露出することを阻止する。

【0036】

しかし本発明者らは、Ni-W合金層13それ自体の加工性も高めることが一層好ましいと考えた。従って、Ni-W合金層13のW含有量を抑制しながら、Ni-W合金層13の電気抵抗を上昇させる方法を検討した。そして本発明者らは、Ni-W合金層13を多孔質とすることにより、W含有量を抑制しながらNi-W合金層13の電気抵抗を上昇させることが可能である旨を知見した。ボイドBは、電流経路の断面積を狭め、電流密度を上昇させる効果を発揮し、これにより表面処理銅板1の表面抵抗を高めていると本発明者らは推定する。従って、W含有量が同一の多孔質化Ni-W合金層13と通常Ni-W

10

20

30

40

50

合金層の電気抵抗を比較すると、多孔質化Ni-W合金層13の電気抵抗は、通常Ni-W合金層よりも高い。

【0037】

Ni-W合金層13を多孔質化するための手段は特に限定しない。本発明者らの知見によれば、例えばNi-W合金層13の形成前に下地Niめっき層に適切な酸洗処理を行い、且つNi-W合金層13に特定の条件下で合金化処理を行うことにより、Ni-W合金層13の多孔質化を達成することができる。

【0038】

以上説明したように、本実施形態に係る表面処理鋼板1では、多孔質なNi-W合金層13を用いて、表面抵抗を向上させている。なお、Ni-W合金層13が含有するWは、表面処理鋼板の加工性を低下させるが、Ni含有層12及びFe拡散合金層14はこれを補う。さらに、本実施形態に係る表面処理鋼板1では、Ni-W合金層13が多孔質であるので、高い表面抵抗値を確保しながら、Ni-W合金層13のW含有量を低い値に抑制することができる。これにより、本実施形態に係る表面処理鋼板1は、加工性を損なうことなく、電池用のタブを抵抗溶接する際の適正電流範囲を低減することが可能である。

【0039】

以上、本実施形態に係る表面処理鋼板1の最も基本的な態様について説明した。次に、本実施形態に係る表面処理鋼板1の一層好ましい態様について説明する。

【0040】

(Ni-W合金層13における平均W濃度)

Ni-W合金層13は、Niを主成分とし、さらにWを含有する。「Ni-W合金層13の主成分がNiである」とは、Ni-W合金層13において最も質量濃度が高い成分がNiであることを意味する。Ni-W合金層13における平均W濃度は特に限定しないが、例えば10～45質量%の範囲内であってもよい。

【0041】

Wは、Ni-W合金層13の電気抵抗値を上昇させる。また、Wは、特定の焼鈍条件下においてNi-W合金層13を多孔質化する働きを有すると本発明者らは推定する。平均W濃度を上述の範囲内とすることにより、Ni-W合金層13の電気抵抗値を一層上昇させることができる。Ni-W合金層13における平均W濃度が15質量%以上、20質量%以上、25質量%以上、又は30質量%以上であってもよい。また、Ni-W合金層13のW濃度を低減することにより、Ni-W合金層13の加工性を一層向上させることができる。従って、Ni-W合金層13における平均W濃度が45質量%以下、42質量%以下、40質量%以下、又は38質量%以下であってもよい。例えばCr及びMo等を、Ni-W合金層13が含んでもよい。

【0042】

(Ni-W合金層13の厚さ)

Ni-W合金層13の厚さは特に限定しない。たとえわずかな厚さであっても、Ni-W合金層13は表面処理鋼板1の表面抵抗値を高める。また、Ni-W合金層13の加工性を一層高める観点からは、Ni-W合金層13の厚さが小さい方が有利である。一方、Ni-W合金層13の表面抵抗値を一層高める観点からは、Ni-W合金層13の厚さが大きい方が有利である。従って、Ni-W合金層13の厚さは例えば0.01μm以上であってもよい。これにより、表面処理鋼板1の表面抵抗を一層高めることができる。Ni-W合金層13の厚さが0.05μm以上、0.08μm以上、又は0.10μm以上であってもよい。Ni-W合金層13の厚さの上限値は特に規定しない。例えば、Ni-W合金層13が2.0μm以下、1.5μm以下、又は1.0μm以下であってもよい。

【0043】

(Ni含有層12の厚さ)

Ni含有層12の厚さは特に限定しない。たとえわずかな厚さであっても、Ni含有層12はクラックの進展を抑制する効果を発揮する。一方、表面処理鋼板1の加工性を一層高める観点からは、Ni含有層12の厚さが大きい方が有利である。従って、Ni含有層

10

20

30

40

50

12の厚さを例えば0.2 μm 以上としてもよい。これにより、表面処理鋼板1の加工性が一層高められる。Ni含有層12の厚さを0.7 μm 以上、1.0 μm 以上、又は1.5 μm 以上としてもよい。Ni含有層12の厚さの上限値は特に規定されない。例えば、Ni含有層12を4.0 μm 以下、3.0 μm 以下、又は2.0 μm 以下としてもよい。

【0044】

(Ni付着量)

めっき層（即ちNi含有層12及びNi-W合金層13）が含むNiの付着量は特に限定しないが、例えば1.8~35.6 g/m^2 の範囲内としてもよい。Ni付着量を1.8 g/m^2 以上とすることが、表面処理鋼板1の耐食性を一層高める。Ni付着量を35.6 g/m^2 以下とすることにより、表面処理鋼板1の製造コストを削減することができる。Ni付着量は4.5 g/m^2 以上、6.2 g/m^2 以上、又は8.9 g/m^2 以上であってもよい。Ni付着量は26.7 g/m^2 以下、17.8 g/m^2 以下、又は13.4 g/m^2 以下であってもよい。

【0045】

なお、めっき層の厚さ（即ち、Ni含有層12及びNi-W合金層13の合計厚さ）についても特に限定しない。例えば、めっき層の厚さが0.2 μm ~4.0 μm の範囲内であってもよい。

【0046】

(Fe拡散合金層14の厚さ)

Fe拡散合金層14の厚さは特に限定しない。たとえわずかな厚さであっても、Fe拡散合金層14はクラックの進展を抑制し、表面処理鋼板1の加工性を高め、加工部の耐食性を向上させることができる。一方、Fe拡散合金層14の厚さが例えば0.1 μm 以上であってもよい。これにより、表面処理鋼板1の加工性を一層高めることができる。Fe拡散合金層14の厚さが0.2 μm 以上、0.5 μm 以上、又は1.0 μm 以上であってもよい。Fe拡散合金層14の厚さの上限値は特に規定しない。例えばめっき層の全てがFe拡散合金層14であってもよい。一方、Fe拡散合金層14が3.0 μm 以下、2.5 μm 以下、又は2.0 μm 以下であってもよい。

【0047】

(Ni含有層12の成分)

Ni含有層12は、Ni、及び母材鋼板11から拡散したFeを主成分とする層である。例えば、Ni含有層12におけるNi及びFeの合計含有量が98.0質量%以上、98.5質量%以上、又は99.0質量%以上であってもよい。Ni含有層12におけるNi及びFeの合計含有量が100質量%以下、99.5質量%以下、又は99.0質量%以下であってもよい。なお、Ni含有層12におけるNi及びFeの比率は、Ni含有層12の厚さ方向（表面処理鋼板の厚さ方向）で一様ではない。なぜなら上述の通り、Ni含有層12の一部又は全部はFe拡散合金層14とされており、Fe拡散合金層14においては、母材鋼板11からのFeの拡散量がFe拡散合金層14の厚さ方向で異なるからである。Fe拡散合金層14においては、母材鋼板11に近いほど、Fe含有量が增大する。また、Fe拡散合金層14の厚さは適宜選択することができる。

【0048】

Ni含有層12が、Ni及びFe以外の元素を含んでもよい。例えばCr及びMo等を、Ni含有層12が含んでもよい。例えば、Cr及びMoのうち一種以上をNi含有層12が含み、その合計含有量が0質量%超0.1質量%以下であってもよい。また、母材鋼板11に含まれる種々の合金元素が、合金化処理の際にNi含有層12に拡散侵入する場合がある。従って、Ni含有層12は、種々の不純物元素を含んでもよい。加えて、Ni-W合金層13からNi含有層12にWが拡散侵入する場合もある。ただし、Ni含有層12のW含有量は1.0%未満となることが通常である。

【0049】

(Ni-W合金層13の成分)

上述したように、Ni-W合金層13は、Niを主成分とし、さらにWを含有する。図

10

20

30

40

50

2に例示するように、Ni-W合金層13の一部又は全部がFe拡散合金層14である場合は、Ni-W合金層13はさらにFeを含有してもよい。Ni-W合金層13がFe拡散合金層14を有しない場合、Ni-W合金層13におけるNi及びWの合計含有量は95.0質量%以上、96.0質量%以上、又は97.0質量%以上であってもよい。Ni-W合金層13がFe拡散合金層14を有しない場合、Ni-W合金層13におけるNi及びWの合計含有量は100質量%以下、99.0質量%以下、又は98.0質量%以下であってもよい。Ni-W合金層13がFe拡散合金層14を有する場合、Ni-W合金層13におけるNi、W、及びFeの合計含有量は95.0質量%以上、96.0質量%以上、又は97.0質量%以上とであってもよい。Ni-W合金層13がFe拡散合金層14を有する場合、Ni-W合金層13におけるNi、W、及びFeの合計含有量は100質量%以下、99.0質量%以下、又は98.0質量%以下であってもよい。

10

【0050】

Ni含有層12と同じく、Ni-W合金層13は、Ni、W、及びFe以外の元素を含んでもよい。例えばCr及びMo等を、Ni-W合金層13が含んでもよい。例えば、Cr、Co及びMoのうち1種以上をNi-W合金層13が含み、その合計含有量が0質量%超5質量%以下であってもよい。また、Ni-W合金層13が、種々の不純物元素を含んでもよい。

【0051】

(母材鋼板11の種類など)

母材鋼板11の成分、及び金属組織などは特に限定しない。母材鋼板11の成分、及び金属組織は、表面処理鋼板1の用途に応じて適宜選択することができる。例えば、母材鋼板11の化学成分が、単位質量%で、C:0.0001~0.08、Si:0.001~0.03、Mn:0.01~0.4、P:0.001~0.03、S:0.000~0.03を含有し、残部が鉄及び不純物を含んでもよい。C、Si、Mn、P、及びS以外の元素を母材鋼板11が含有してもよい。

20

【0052】

表面処理鋼板1を電池容器の素材として用いる場合、例えば母材鋼板11は好ましくは低炭アルミキルド鋼、及びIF鋼(Interstitial Free Steel/極低炭素鋼)等である。母材鋼板11の化学組成(単位:質量%)の具体的な例は以下の通りである。

30

(例1)低炭アルミキルド鋼

C:0.057、Si:0.004、Mn:0.29、P:0.014、S:0.007、Al:0.050、Cu:0.034、Ni:0.021、残部:鉄及び不純物を含む

(例2)IF鋼

C:0.004、Si:0.01、Mn:0.16、P:0.013、S:0.006、Al:0.029、Cu:0.027、Ni:0.022、Ti:0.013、残部:鉄及び不純物を含む

(例3)IF鋼

C:0.0012、Si:0.01未満、Mn:0.16、P:0.013、S:0.006、Al:0.029、Cu:0.027、Ni:0.022、Ti:0.020、残部:鉄及び不純物を含む

40

【0053】

母材鋼板11の厚さも特に限定しない。表面処理鋼板1を例えば電池容器の素材として用いる場合、母材鋼板11の厚さは例えば0.15~2.00mmであることが好ましい。

【0054】

(測定方法)

Ni-W合金層13が多孔質であるか否かの判定は以下の手順によって行う。まず、板厚方向に沿って断面を観察できるように、FIB(Focused Ion Beam:集束イオンビーム)を用いて表面処理鋼板1を箔片加工する。これにより得られたサンプルを、EDSによる元素分析が可能なSTEM(Scanning Transmissi

50

on Electron Microscope：透過型走査電子顕微鏡）モード付きFE-SEM（Field-Emission Scanning Electron Microscopy：冷陰極電界放射型走査電子顕微鏡）を用いて分析する。装置型式はTitan（Thermo Fischer Scientific）である。加速電圧は300kVとした。測定倍率は14万倍とした。HAADF像を見た場合、透過方向の質量が小さい程、暗い像になるため、黒色部はNiおよびWより軽元素、またはボイドと考えられるが、Niより軽元素の存在は考えにくく、ボイドと判断できる。Ni-W合金層13の断面全体にわたってボイドが多数形成されている場合、Ni-W合金層13は多孔質であると判断する。具体的には、得られたHAADF像においてNi-W合金層13である領域から、100nm×100nmの任意の5箇所の領域を観察し、直径5nm以上のボイドの個数を数える。5箇所の100nm×100nmの領域で特定された直径5nm以上のボイドの個数を合計し、5で除して、一領域当たりの直径5nm以上のボイドの平均個数を求める。5箇所の領域における一領域当たりの直径5nm以上のボイドの平均個数が5個以上である場合、Ni-W合金層13は多孔質であると判断する。

【0055】

Ni-W合金層13における平均W濃度の測定方法は、以下の通りである。XPS（X線光電子分光、X-ray Photoelectron Spectroscopy）を用いて測定を行う。まず、アルゴン及び／又はキセノンを用いて、表面処理鋼板1の表面をスパッタリングする。続いて、表面処理鋼板1のNi-W合金層13の表面から内部に向けて、Ni-W合金層13の成分を測定する。測定完了後、再度スパッタリングをした後、測定するというサイクルを繰り返す。横軸がNi-W合金層13の表面からの深さであり縦軸がW濃度であるグラフに、W濃度の深さ方向に沿った分析結果をプロットする。そしてW濃度のグラフを積分して得られる値を、区間の幅（即ちNi-W合金層13の厚み）で割った値を、平均W濃度とみなす。W濃度に対して行われた上述の演算を、Ni及びFe分析結果に対しても適用することにより、Ni-W合金層13における平均Ni濃度及び平均Fe濃度を求めることができる。なお、XPSを用いためっき層の成分測定は、Mg線源を用いて実施する。Mg線源を用いた分析において、Ni、W、Feの光電子ピークと重なるオージェピークは存在しない。Feは2p軌道、Niは2p軌道、Wは4f軌道のピークを観測した。

【0056】

Ni付着量は、ICP発光分光分析法（ICP-OES）によって測定する。まず、所定面積のめっき層を酸で溶解する。次に、溶解液に含まれるTotal-Ni量をICP-OESで定量分析する。ICP-OESで定量したTotal-Ni量を上述の所定面積で割ることにより、単位面積当たりのNi付着量を求めることができる。

【0057】

Ni含有層12の厚さ、Ni-W合金層13の厚さ、及びFe拡散合金層14の厚さは、GDS（グロー放電発光分析法／Glow Discharge Optical Emission Spectrometry）によって測定する。GDSを用いて、Ni含有層12及びNi-W合金層13の元素濃度のめっき層表面からの深さ方向の分布を測定することにより、元素濃度曲線を得ることができる。

【0058】

測定には、高周波グロー放電発光表面分析装置（堀場製作所製、型番：GD-Profiler 2）を用いる。GDS測定条件は次のとおりとする。

アノード径：φ4mm

ガス：Ar

ガス圧力：600Pa

出力：35W

【0059】

本実施形態に係る表面処理鋼板1では、めっき層においてFe濃度が5.0質量%以上含まれる領域を、Fe拡散合金層14とみなす。めっき層の表面から深さ方向に沿って連

続的に成分分析をすると、母材鋼板 11 に近いほど、Fe 濃度が高くなる。めっき層の表面から深さ方向に沿って連続的に成分分析をすることによって特定される、Fe 濃度が 5.0 質量%である箇所を、Fe 拡散合金層 14 と、Fe 拡散合金層 14 ではないめっき層との界面であるとみなす。

【0060】

また、本実施形態に係る表面処理鋼板 1 では、Ni 濃度が 1.0 質量%以上の領域をめっき層とみなし、それ以外の領域を母材鋼板 11 とみなす。合金化処理によって製造した表面処理鋼板 1 のめっき層では、Ni 濃度は母材鋼板 11 に近づくほど低くなる。めっき層の表面から深さ方向に沿って連続的に成分分析をすることによって特定される、Ni 濃度が 1.0 質量%となる箇所を、めっき層と母材鋼板 11 との界面（即ち、Fe 拡散合金層 14 と母材鋼板 11 との界面）とみなす。

10

【0061】

これらの界面の間の距離を、上述の手順によって得られたサンプルにおける Fe 拡散合金層 14 の厚さとみなす。この測定を、5つのサンプルに対して行い、その平均値を算出する。この平均値を、表面処理鋼板 1 の Fe 拡散合金層 14 の厚さとみなす。

【0062】

さらに、本実施形態に係る表面処理鋼板 1 では、めっき層において W 濃度が 1.0 質量%以上の領域を Ni-W 合金層 13 とみなし、W 濃度が 1.0 質量%未満の領域を Ni 含有層 12 とみなす。めっき層の表面から深さ方向に沿って連続的に成分分析をすることによって特定される、W 濃度が 1.0 質量%である箇所を、Ni-W 合金層 13 と、Ni 含有層 12 との界面であるとみなす。

20

【0063】

Ni-W 合金層 13 と Ni 含有層 12 との界面から、めっき層と母材鋼板 11 との界面までの距離を、上述の手順によって得られたサンプルにおける Ni 含有層 12 の厚さとみなす。この測定を、5つのサンプルに対して行い、その平均値を算出する。この平均値を、表面処理鋼板 1 の Ni 含有層 12 の厚さとみなす。また、めっき層の表面から、Ni-W 合金層 13 と Ni 含有層 12 との界面までの距離を、上述の手順によって得られたサンプルにおける Ni-W 合金層 13 の厚さとみなす。この測定を、5つのサンプルに対して行い、その平均値を算出する。この平均値を、表面処理鋼板 1 の Ni-W 合金層 13 の厚さとみなす。

30

【0064】

（2. 表面処理鋼板 1 の製造方法）

次に、本実施形態に係る表面処理鋼板の製造方法について説明する。例えば本実施形態に係る製造方法は、上述した構成要素を具備する表面処理鋼板 1 を好適に得ることができる。

【0065】

図 4 に例示するように、本発明の別の態様に係る表面処理鋼板の製造方法は、

（S1）母材鋼板 11 に電気 Ni めっきする工程と、

（S2）Ni めっき層を有する母材鋼板 11 を酸洗する工程と、

（S3）Ni めっき層を有する母材鋼板 11 に電気 Ni-W 合金めっきをする工程と、

40

（S4）Ni めっき層、及びその上に配された Ni-W 合金層 13 を有する母材鋼板 11 を焼鈍する工程と、

を備え、酸洗において、酸洗用の浴を 70～100 g/L 硫酸浴とし、Ni めっき層を有する母材鋼板を浴に浸漬する時間（浸漬時間）を 25～35 秒とし、焼鈍における焼鈍温度を 630～860℃とし、焼鈍における焼鈍時間を 10～180 秒とする。

【0066】

（S1 電気 Ni めっき）

まず、母材鋼板 11 に電気 Ni めっきをする。めっき母材は、上述した本実施形態に係る表面処理鋼板 1 の母材鋼板 11 と同じである。これにより、図 4 に示すように、母材鋼板 11 の表面に Ni 含有層 12 を設ける。電気 Ni めっきによって得られためっき鋼板を

50

、以下、Niめっき鋼板と称する。

【0067】

(S2 酸洗)

次に、Niめっき鋼板を酸洗する。酸洗条件は以下の通りとする。

酸洗用の浴：70～100g/L硫酸浴

浸漬時間：25～35秒

また、酸洗に続けてリンスセクションにて、Niめっき鋼板を水洗し、さらに水切りを実施することが望ましい。これにより、後述する電気Ni-W合金めっき浴に酸洗浴が混合することを防止することができる。なお、酸洗は、電気Ni-W合金めっきの前に実施する必要がある。

【0068】

(S3 電気Ni-W合金めっき)

次に、上述の条件で酸洗されたNiめっき鋼板に電気Ni-W合金めっきをする。これにより、図4に示すように、Niめっき鋼板の表面にNi-W合金層13を設ける。電気Ni-W合金めっきによって得られためっき鋼板を、以下、複層めっき鋼板と称する。

【0069】

(S4 焼鈍)

次に、複層めっき鋼板（即ち、Niめっき層、及びその上に配されたNi-W合金層13を有する母材鋼板11）を焼鈍する。これにより、図4に示すように、めっき層の一部に母材鋼板11のFeを拡散させて、Fe拡散合金層14を形成する。これにより、母材鋼板11と、母材鋼板11の表面に配されたNi含有層12と、Ni含有層12の表面に配されたNi-W合金層13と、を備え、Ni含有層12が、Fe拡散合金層14を有する表面処理鋼板1を得ることができる。

【0070】

焼鈍においては、焼鈍温度を630～860℃とし、焼鈍における焼鈍時間を10～180秒とする。これにより、Ni-W合金層13を多孔質とすることができる。

【0071】

酸洗条件及び焼鈍条件を上述の範囲内にすることによって、Ni-W合金層13を多孔質化できる理由を、本発明者らは以下のように推定している。電気めっきの際には、めっき浴が含む金属イオンが基材表面に電析すると同時に、めっき浴が含む水素イオンをめっき層がその中に取り込む。この水素が、焼鈍の際にボイドBを形成すると本発明者らは推定している。

【0072】

ただし、電気Ni-W合金めっきの前に、Ni含有層12を上述の条件で酸洗する必要があることを本発明者らは知見した。条件が適切である酸洗は、Ni含有層12の表面の酸化被膜を除去して、Ni含有層12に含まれる水素がNi-W合金層13へと拡散しやすくすると本発明者らは推定する。一方、酸洗において硫酸濃度が不足する場合、或いは浸漬時間が短くなる場合には、Ni含有層12の表面の酸化被膜の除去が不十分であり、このことが、Ni含有層12が含む水素がNi-W合金層13へと拡散することを抑制すると本発明者らは推定する。

【0073】

また、NiめっきがWを含有する場合、Wが水素の挙動に影響を与えると本発明者らは推定する。さらに、NiめっきがWを含有するようにした上で、焼鈍条件を上述の範囲内とすることにより、Ni含有層12からNi-W合金層13へと供給した水素が、Ni-W合金層13に多数のボイドBを形成し、Ni-W合金層13の多孔質化を実現すると本発明者らは推定している。

【0074】

以上、本実施形態に係る表面処理鋼板1の製造方法の最も基本的な態様について説明した。次に、本実施形態に係る表面処理鋼板1の製造方法の一層好ましい態様について説明する。

10

20

30

40

50

【0075】

(浴成分)

電気Niめっきにおいて用いるNiめっき浴は、Niを主成分とする。例えばめっき浴が含むNi元素が、めっき浴が含む全ての金属元素に占める割合を、95質量%以上、96質量%以上、又は97質量%以上としてもよい。Niのほかに、Cr及びMo等を、Niめっき浴が含んでもよい。

【0076】

電気Ni-W合金めっきにおいて用いられるNi-Wめっき浴は、Ni及びWを主成分とする。例えばめっき浴が含むW元素が、めっき浴が含む全ての金属元素に占める割合を、10～60質量%の範囲内としてもよい。また、例えばめっき浴が含むNi元素及びW元素の合計が、めっき浴が含む全ての金属元素に占める割合を、95質量%以上、96質量%以上、又は97質量%以上としてもよい。Ni及びWのほかに、Cr及びMo等を、Ni-Wめっき浴が含んでもよい。

10

【0077】

(Ni付着量)

電気Niめっき、及び電気Ni-W合金めっきにおいて、Ni付着量は特に限定しないが、例えば $1.8 \sim 35.6 \text{ g/m}^2$ であってもよい。これにより、Ni含有層12及びNi-W合金層13に含まれるNi付着量を $1.8 \sim 35.6 \text{ g/m}^2$ とすることができる。Niの一層好ましい付着量は、上述された、本実施形態に係る表面処理鋼板1における一層好ましいNi付着量と同一としてもよい。Ni付着量は、めっき浴の成分及び通電量を介して制御することができる。

20

【0078】

その他、本実施形態に係る表面処理鋼板1に関して説明された諸態様を、本実施形態に係る表面処理鋼板の製造方法に適用することができる。例えば当然のことながら、本実施形態に係る表面処理鋼板1における母材鋼板11の好ましい態様を、本実施形態に係る表面処理鋼板の製造方法に適用することができる。

【0079】

(3. 電池部品の製造方法)

次に、本発明の別の態様に係る電池部品の製造方法について説明する。本実施形態に係る電池部品の製造方法は、タブと、表面処理鋼板1とを抵抗溶接する工程を備え、当該表面処理鋼板1を、本実施形態に係る表面処理鋼板1とする。抵抗溶接とは、例えばスポット溶接である。

30

【0080】

本実施形態に係る表面処理鋼板1は、表面抵抗が高く、タブとの抵抗溶接における適正電流値が低い。そのため、本実施形態に係る表面処理鋼板1の抵抗溶接においては、過電流によるタブの破損のおそれが小さい。従って、本実施形態に係る電池部品の製造方法によれば、好適に電池部品を製造することができる。

【0081】

抵抗溶接条件は特に限定しないが、例えば、抵抗溶接における溶接電圧を $2.0 \text{ V} \sim 3.5 \text{ V}$ 、通電時間を $1.0 \text{ ms} \sim 10.0 \text{ ms}$ とすることが好ましい。これにより、タブと表面処理鋼板1との接合不良、及びタブの破損を一層抑制することができる。

40

【実施例】

【0082】

実施例により本発明の一態様の効果を更に具体的に説明する。ただし、実施例での条件は、本発明の実施可能性及び効果を確認するために採用した一条件例に過ぎない。本発明は、この一条件例に限定されない。本発明は、本発明の要旨を逸脱せず、本発明の目的を達成する限り、種々の条件を採用し得る。

【0083】

(実験1)

母材鋼板に電気Niめっき、酸洗、電気Ni-W合金めっき、及び焼鈍をして、種々の

50

表面処理鋼板を作成した。母材鋼板の成分を表 1 に示す。電気 Ni-W 合金めっきにおいて用いためっき浴の成分を表 2 に示す。表面処理鋼板の製造条件を表 3 に示す。表面処理鋼板の評価結果を表 4 に示す。表 3 及び表 4 において、本実施形態の範囲外の値には、下線を付した。なお、表に記載が無い条件は全ての例において同一であり、その内容は以下の通りである。

【0084】

電気 Ni めっき用のめっき浴の成分は、 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 230 g/L 、及び H_3BO_3 : 45 g/L とした。電気 Ni めっき用のめっき浴の pH は 4 とし、温度は 50°C とした。電気 Ni めっきにおける電流密度は 30 A/dm^2 とした。通電時間を介して、電気 Ni めっきにおけるめっき付着量を制御した。

10

【0085】

電気 Ni めっき後の酸洗においては、Ni めっき鋼板を 85 g/L 硫酸浴中に 30 秒浸漬させた。続けて Ni めっき鋼板を水洗し、さらに水切りを実施した。

【0086】

電気 Ni-W 合金めっきにおける Ni イオン源は $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ とし、W イオン源は $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ とした。Ni イオン濃度及び W イオン濃度の比の変更を通じて、Ni-W 合金めっきの組成 (W 含有率) を調整した。また、W イオンの浴中での安定のために、電気 Ni-W 合金めっき用のめっき浴にクエン酸を 0.5 mol/L 添加した。電気 Ni-W 合金めっきにおける電流密度は 20 A/dm^2 とした。通電時間を介して、電気 Ni-W 合金めっきにおけるめっき付着量を制御した。

20

【0087】

Ni-W 合金層の多孔質化の有無は、上述した、EDS による元素分析が可能な STEM モード付き FE-SEM を用いる方法によって判定した。判定結果を表 4 に記載した。

【0088】

Ni-W 合金層における平均 W 濃度は、上述した XPS を用いる方法によって測定した。測定結果を表 4 に記載した。

【0089】

Ni-W 合金層の厚さ、及び Fe 拡散合金層の厚さは、上述した GDS を用いる方法によって測定した。測定結果を表 4 に記載した。

30

【0090】

溶接性は、以下の手順で評価した。各試料と、タブ (素材およびサイズ: ニッケル薄膜 $10 \times 100 \times 0.01 \text{ mm}$) との溶接を実施した。このとき、溶接電圧は 2.5 V 、通電時間は 5.0 ms とした。溶接後、タブと鋼板との接合度合を目視で評価した。評価基準は以下のとおりである。

- 1: 接合不良およびタブの破損無し
- 2: 接合不良およびタブの破損は無いが、試料またはタブに変色が確認される
- 3: 接合不良またはタブの破損が見られる

【0091】

【表 1】

40

鋼板種別	鋼板成分
鋼板1	C:0.057、Si:0.004、Mn:0.29、P:0.014、S:0.007、Al:0.050、Cu:0.034、Ni:0.021、残部:鉄及び不純物を含む
鋼板2	C:0.004、Si:0.01、Mn:0.16、P:0.013、S:0.006、Al:0.029、Cu:0.027、Ni:0.022、Ti:0.013、残部:鉄及び不純物を含む

【0092】

50

【表 2】

Ni-Wめっき浴種別	Niイオン濃度 mol/L	Wイオン濃度 mol/L
浴1	0.20	0.10
浴2	0.20	0.15
浴3	0.20	0.20
浴4	0.20	0.25
浴5	0.20	0.30
浴6	0.20	0.05

10

【0093】

【表 3】

例番号	鋼板種別	Ni-Wめっき浴種別	W付着量 (g/m ²)	合計 Ni付着量 (g/m ²)	Niめっき後 酸洗有無	焼鈍 温度 (°C)	焼鈍 時間 (秒)
例1	鋼板1	浴3	4.3	11.2	あり	750	15
例2	鋼板1	浴6	4.6	10.7	あり	750	15
例3	鋼板1	浴3	37.3	41.9	あり	750	15
例4	鋼板1	浴3	5.2	9.8	あり	650	<u>5</u>
例5	鋼板1	浴3	4.3	11.3	あり	<u>900</u>	<u>5</u>
例6	鋼板1	浴3	2.1	4.5	あり	700	10
例7	鋼板1	浴3	31.2	30.2	あり	800	10
例8	鋼板1	浴3	4.9	11.9	<u>なし</u>	700	10
例9	鋼板1	浴2	4.2	12.4	あり	750	15
例10	鋼板1	浴1	4.9	12.2	あり	750	15
例11	鋼板1	浴4	4.3	12.7	あり	750	15
例12	鋼板1	浴5	4.2	11.2	あり	750	15
例13	鋼板2	浴3	4.0	10.7	あり	750	15

20

30

【0094】

40

50

【表 4】

例番号	Fe拡散合金層の有無	Ni-W合金層の多孔質化の有無	Ni-W合金層平均W濃度(質量%)	Ni-W合金層厚さ(μm)	Fe拡散合金層厚さ(μm)	溶接性評価結果
例1	あり	あり	33	0.2	1.1	1
例2	あり	あり	5	0.2	1.2	2
例3	あり	あり	35	2.5	0.8	2
例4	あり	なし	31	0.2	0.05	3
例5	あり	なし	33	0.2	1.3	3
例6	あり	あり	32	0.05	0.4	1
例7	あり	あり	32	1.8	1.8	1
例8	あり	なし	31	0.2	0.3	3
例9	あり	あり	29	0.2	1.0	1
例10	あり	あり	15	0.2	1.0	1
例11	あり	あり	37	0.2	1.0	1
例12	あり	あり	42	0.2	1.0	1
例13	あり	あり	31	0.2	1.0	1

【0095】

例4、例5、及び例8の試験片では、Ni-W合金層が多孔質ではなかった。これらの試験片における溶接性は劣位であった。なお、例4の製造においては、焼鈍時間が不足した。例5の製造においては、焼鈍温度が過剰であり、且つ、焼鈍時間が不足した。例8の製造においては、酸洗が行われなかった。例4、例5、及び例8においては、製造条件が不適切であったために、多孔質なNi-W合金層が得られなかったと本発明者らは推定する。

【0096】

一方、適切な製造方法によって得られた試験片では、Ni-W合金層が多孔質であった。これらの試験片の溶接性は良好であった。

【0097】

(実験2)

母材銅板に電気Niめっき、酸洗、電気Ni-W合金めっき、及び焼鈍をして、種々の表面処理銅板を作成した。酸洗条件は、表5に記載の通りとした。酸洗条件以外の製造条件は、表3及び表4に開示された例1と同一とした。

【0098】

10

20

30

40

50

【表 5】

例番号	酸洗浴の成分	浸漬時間
例101	40g/L硫酸	30秒
例102	150g/L硫酸	30秒
例103	50g/L硫酸+50g/L塩酸	30秒
例104	85g/L硫酸	15秒
例105	85g/L硫酸	60秒

10

【0099】

上述の手順で製造した表面処理鋼板を、実験1と同じ方法で評価した。評価結果を表6に示す。

【0100】

【表 6】

例番号	Fe拡散合金層の有無	Ni-W合金層の多孔質化の有無	Ni-W合金層平均W濃度(質量%)	Ni-W合金層厚さ(μm)	Fe拡散合金層厚さ(μm)	溶接性評価結果
例101	あり	なし	33	0.2	1.1	3
例102	あり	なし	35	0.2	1.2	3
例103	あり	なし	35	0.2	1.1	3
例104	あり	なし	34	0.2	1.2	3
例105	あり	なし	33	0.2	1.2	3

20

【0101】

例101～例105の製造条件は、酸洗条件を除き、例1と同一であった。しかしながら、例1とは異なり、例101～例105の試験片では、Ni-W合金層が多孔質ではなかった。例1とは異なり、例101～例105の試験片における溶接性は劣位であった。

30

【0102】

例101及び例103においては、酸洗用の浴の硫酸濃度が不足していた。これにより、例101及び例103においては、Ni含有層の表面の酸化被膜の除去が不十分となり、Ni-W合金層が多孔質化されなかったと推定される。なお、例103では酸洗用の浴の硫酸濃度を低くした代わりに、浴に塩酸を添加した。しかし、塩酸を添加した浴を用いても、例1の如く良好な溶接性を有する表面処理鋼板を得ることはできなかった。この理由は、塩酸では硫酸と比べて酸洗効果が不足しているためと推定される。

【0103】

例102においては、酸洗用の浴の硫酸濃度が過剰であった。そして、例102においてはNi-W合金層が多孔質化されなかった。

40

【0104】

過剰な硫酸濃度がNi-W合金層に及ぼす影響は明らかではないが、本発明者らは以下のように推定している。硫酸濃度が過剰であると、Ni含有層の表面が微小な凹凸状態となる。この上にNi-W合金層を設けると、Ni含有層とNi-W合金層との界面の面積が大きくなる。一般に、めっき層の界面には拡散性水素がトラップされやすいと考えられている。界面の面積が拡大することにより、Ni-W合金層における拡散性水素の量が減少し、拡散性水素によるNi-W合金層の多孔質化が妨げられたと本発明者らは推定している。

50

【0105】

例104においては、酸洗においてNiめっき層を有する母材鋼板を浴に浸漬する時間が不足した。これにより、例104においてはNi含有層の表面の酸化被膜の除去が不十分となり、Ni-W合金層が多孔質化されなかったと推定される。

【0106】

例105においては、酸洗においてNiめっき層を有する母材鋼板を浴に浸漬する時間が過剰であった。そして、例105においてはNi-W合金層が多孔質化されなかった。過剰な酸洗時間がNi-W合金層に及ぼす影響は明らかではないが、本発明者らは、硫酸濃度が過剰であった例と同様の現象が生じたと推定している。即ち、過剰な酸洗がNi含有層とNi-W合金層との界面の面積を拡大し、拡散性水素によるNi-W合金層の多孔質化を妨げたと推定される。

10

【符号の説明】

【0107】

- 1 表面処理鋼板
- 11 母材鋼板
- 12 Ni含有層
- 13 Ni-W合金層
- 14 Fe拡散合金層
- B ボイド

20

30

40

50

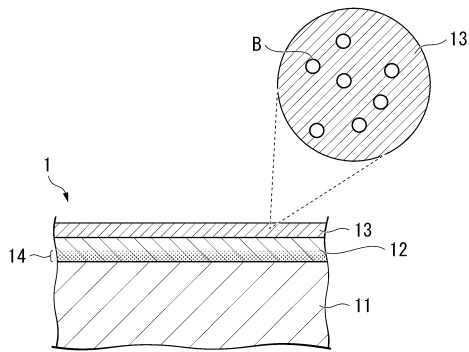
【要約】

本発明の一態様に係る表面処理鋼板は、母材鋼板と、母材鋼板の表面に配されたNi含有層と、Ni含有層の表面に配されたNi-W合金層と、を備え、Ni含有層が、Fe拡散合金層を有し、Ni-W合金層が多孔質である。本発明の別の態様に係る表面処理鋼板の製造方法は、母材鋼板に電気Niめっきする工程と、Niめっき層を有する母材鋼板を酸洗する工程と、Niめっき層を有する母材鋼板に電気Ni-W合金めっきをする工程と、Niめっき層、及びその上に配されたNi-W合金層を有する母材鋼板を焼鈍する工程と、を備え、酸洗において、酸洗用の浴を70～100g/L硫酸浴とし、酸洗において、Niめっき層を有する母材鋼板を浴に浸漬する時間を25～35秒とし、焼鈍における焼鈍温度を630～860℃とし、焼鈍における焼鈍時間を10～180sとする。

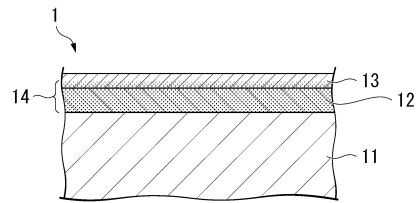
10

【図面】

【図1】



【図2】



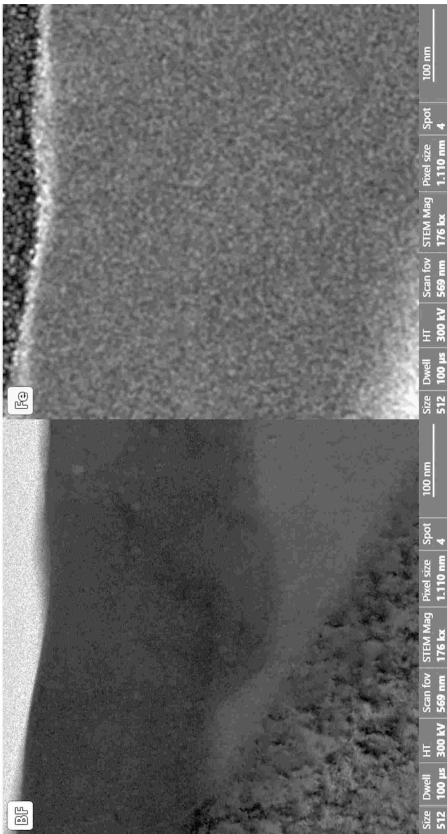
20

30

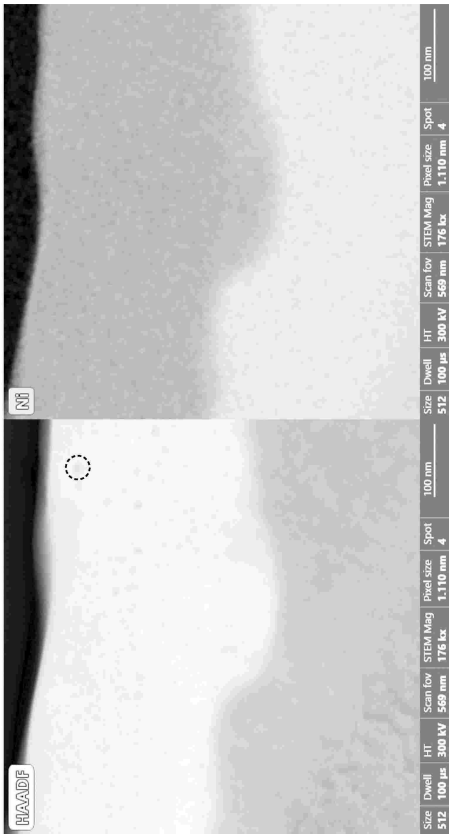
40

50

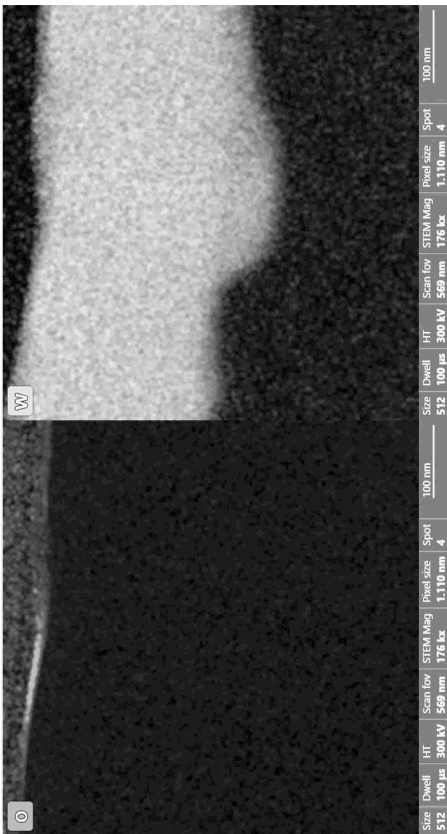
【図 3 A】



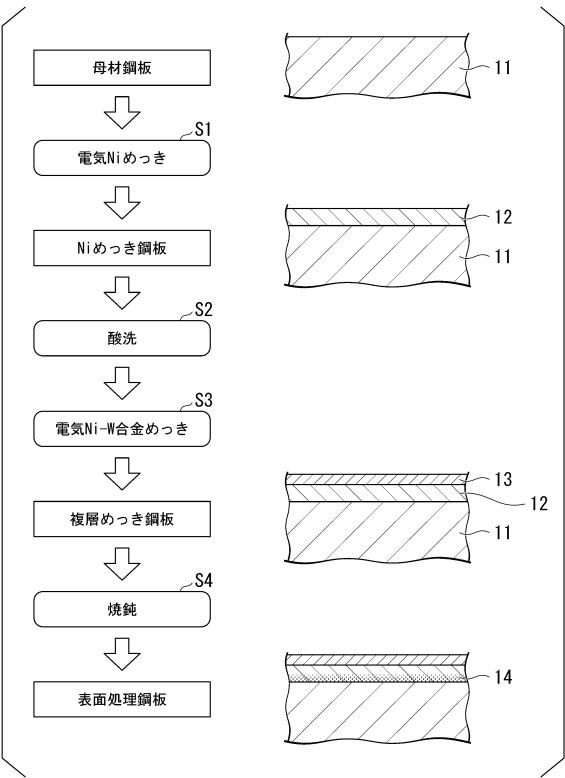
【図 3 B】



【図 3 C】



【図 4】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

H 0 1 M	50/566 (2021.01)	H 0 1 M	50/566	
C 2 1 D	9/46 (2006.01)	C 2 1 D	9/46	H
C 2 2 C	38/00 (2006.01)	C 2 2 C	38/00	3 0 1 T
C 2 2 C	38/16 (2006.01)	C 2 2 C	38/16	
C 2 5 D	5/50 (2006.01)	C 2 5 D	5/50	

(74)代理人 100207686

弁理士 飯田 恭宏

(74)代理人 100224812

弁理士 井口 翔太

(72)発明者 川本 浩輔

東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内

(72)発明者 後藤 靖人

東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 日本製鉄株式会社内

審査官 柁屋 健太郎

(56)参考文献 特開2020-155202 (JP, A)

国際公開第2022/215634 (WO, A1)

特開2007-051325 (JP, A)

国際公開第2012/137823 (WO, A1)

国際公開第2017/006834 (WO, A1)

特開2013-185185 (JP, A)

中国特許出願公開第101899690 (CN, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C 2 5 D 5/00

C 2 3 C 18/00