

压电陶瓷表面酸性化学镀镍磷

高彦静 王健云

(北京化工大学材料科学与工程学院, 北京 100029)

摘 要: 以次亚磷酸钠为还原剂, 在压电陶瓷表面进行酸性化学镀镍磷。采用正交设计法, 通过测试镀液中各组分对镀层结合强度和沉积速度的影响, 选出最佳的酸性化学镀配方。研究了粗化时间对镀层结合强度的影响, 同时检测了镀层的耐蚀性。实验结果表明: 压电陶瓷表面化学镀的镀层具有优良的结合力和耐海水腐蚀性能。

关键词: 压电陶瓷; 次亚磷酸钠; 酸性; 化学镀; 正交设计

中图分类号: TQ 153.3

引 言

压电陶瓷是一种十分重要的功能材料, 广泛应用于航空、航天、电子工业及国民生活各个领域^[1]。化学镀以其简单的工艺条件, 不仅可以改变陶瓷的非金属性, 同时赋予其特殊的功能特性。因此压电陶瓷表面化学镀具有良好的发展前景。本文在压电陶瓷表面进行酸性化学镀镍磷。采用正交设计法, 通过测试镀层结合强度和沉积速度, 选出最佳的酸性化学镀配方, 并对镀层的性能进行了检测。

1 实验部分

1.1 化学镀装置、试样及试剂

(1) 化学镀装置 自行设计安装的恒温水浴, 镀槽为玻璃烧杯。

(2) 试样 筛选镀液配方实验中, 镀件基材为直径 1.2 cm 的 PZT-4₁ 压电陶瓷圆片, 其它实验使用的基材为 2.5 cm 的 PZT-4₂ 压电陶瓷圆片。

(3) 试剂 所用试剂均为分析纯。

1.2 镀件前处理、镀液组成及工艺条件

(1) 镀件前处理

打磨 用水磨砂纸将陶瓷打磨至要求。

除油 在碱性除油液中, 90 °C 温度下除油 30 min。

粗化 在 1:1 的氢氟酸水溶液中粗化, 粗化时间为 5~20 min。

敏化 将粗化过的陶瓷放入含有 SnCl₂ 溶液中

浸渍, 使得陶瓷表面吸附一层易于氧化的金属离子。

活化 敏化后的陶瓷放进 PdCl₂ 溶液中, 使 Sn²⁺ 被氧化, Pd²⁺ 离子发生还原, 从而在陶瓷表面形成众多晶核, 有利于镀层的沉积^[2]。

还原 为了保持化学镀溶液的稳定性, 延长其使用寿命, 施镀前, 用质量分数 $w = 3\%$ 的次亚磷酸钠溶液进行还原处理。

(2) 镀液组成及工艺条件

在 pH 为 4~6, 90 °C 温度, 施镀 30 min 的条件下, 质量浓度 (NiSO₄) 为 20~30 g/L, (NaH₂PO₄) 为 20~30 g/L, (络合剂) 为 5.0~6.5 g/L, (缓冲剂) 为 5 g/L, (稳定剂) 小于 5 mg/L 的工艺条件下施镀。

1.3 镀层性能的测定与仪器

(1) 使用 MicroZoom (BAUSH & LOMB) 长焦距显微镜测定镀层厚度, 再换算成沉积速度。

(2) 镀层的结合力是拉伸装置测定的。

(3) 耐海水腐蚀实验 将镀好的试片在人工海水中浸泡 72 h 后测定腐蚀率。

2 结果与讨论

本实验采用 L₉ (3⁴) 正交设计表^[3], 见 (表 1 和表 2)。通过测定镀层的沉积速度和结合强度, 并进行正交计算, 考察镀液各组分和工艺条件对镀层性能的影响, 从而确定最佳的化学镀配方。

在正交设计计算中, 极差的大小反应了因素水平的变化对沉积速度和结合强度的影响程度大小。

2.1 镀层沉积速度的正交计算

从表 1 计算的极差中可以看出, 因素 D 的三个水平, 即 pH 对沉积速度的影响最大, 因素 A

(NiSO_4) 的影响次之,与 A、B、D 三个因素相比,C 因素(络合剂)的极差最小,这表明络合剂质量浓度的变化对沉积速度的影响不大。仅从镀层的沉积速度这一方面考虑,确定的最佳配方应为 $\text{A}_3\text{B}_2\text{C}_3\text{D}_2$ 。

表 1 沉积速度的正交设计计算表

Table 1 Calculated results for deposition rates by perpendicular design

	1, A (NiSO_4) /(g L^{-1})	2, B (NaH_2PO_2) /(g L^{-1})	3, C (络合剂) /(g L^{-1})	4, D pH	沉积 速度 v /($\mu\text{m h}^{-1}$)
1	1(10.0)	1(12.5)	1(5.0)	1(4.3)	16
2	1(10.0)	2(15.0)	2(5.5)	2(4.8)	28
3	1(10.0)	3(17.5)	3(6.0)	3(5.3)	12
4	2(15.0)	1(12.5)	2(5.5)	3(5.3)	6.2
5	2(15.0)	2(15.0)	3(6.0)	1(4.3)	12
6	2(15.0)	3(17.5)	1(5.0)	2(4.8)	12.2
7	3(12.5)	1(12.5)	3(6.0)	2(4.8)	28
8	3(12.5)	2(15.0)	1(5.0)	3(5.3)	20
9	3(12.5)	3(17.5)	2(5.5)	1(4.3)	11
K_1	56	50.2	48.2	39	
K_2	30.4	60	45.2	68.2	
K_3	59	35.2	52	38.2	
k_1	18.67	16.73	16.07	13	
k_2	10.13	20	15.07	22.73	
k_3	19.67	11.73	17.33	12.73	
极差	9.54	8.27	2.26	10	

备注: K_1 K_2 K_3 分别表示各因素一、二、三水平所对应的沉积速度之和。 k_1 k_2 k_3 分别表示一、二、三水平所对应的沉积速度平均值。

2.2 镀层结合强度的正交计算

表 2 为镀层结合强度的正交设计表,从表中的极差数值上看,四个因素的极差值比较接近,这意味着镀液组分和 pH 值对镀层结合强度的作用相近。以镀层结合强度作为考察配方的依据,则应选择 $\text{A}_1\text{B}_3\text{C}_3\text{D}_1$ 作为最佳配方。

2.3 镀液配方和工艺条件的确定

根据本实验的要求,在保证镀件具有优良的结合强度的前提下,镀件仍具有较快的沉积速度。因此最终确定的配方为 $\text{A}_1\text{B}_3\text{C}_3\text{D}_2$ 。

2.4 粗化时间对镀层结合强度的影响

图 1 为镀层与基体之间的结合强度随粗化时间的变化曲线。陶瓷基体属于烧结制品,其上存在孔隙,对于增大镀层/基体结合力的作用极其有限,这是由于烧结制品表面上存在的孔隙与粗化后形成的孔隙具有不同的几何形状,前者不具备后者的锁扣结构,故不能大幅度增加结合力^[4]。因此镀件未进

表 2 结合强度的正交设计计算表

Table 2 Calculated results for adhesive strength by perpendicular design

	1, A (NiSO_4) /(g L^{-1})	2, B (NaH_2PO_2) /(g L^{-1})	3, C (络合剂) /(g L^{-1})	4, D pH	结合 强度 E /MPa
1	1(10.0)	1(12.5)	1(5.0)	1(4.3)	9.27
2	1(10.0)	2(15.0)	2(5.5)	2(4.8)	8.42
3	1(10.0)	3(17.5)	3(6.0)	3(5.3)	12.76
4	2(15.0)	1(12.5)	2(5.5)	3(5.3)	4.92
5	2(15.0)	2(15.0)	3(6.0)	1(4.3)	7.0
6	2(15.0)	3(17.5)	1(5.0)	2(4.8)	4.17
7	3(12.5)	1(12.5)	3(6.0)	2(4.8)	9.69
8	3(12.5)	2(15.0)	1(5.0)	3(5.3)	3.27
9	3(12.5)	3(17.5)	2(5.5)	1(4.3)	17.07
X_1	30.45	23.88	16.71	33.34	
Y_2	16.08	18.69	30.41	22.28	
Z_3	30.03	34.00	29.45	20.95	
x_1	10.15	7.96	5.57	11.11	
y_2	5.36	6.23	10.14	7.43	
z_3	10.01	11.33	9.82	6.98	
极差	4.79	5.10	4.57	4.15	

备注: X_1 Y_2 Z_3 分别表示各因素一、二、三水平所对应的结合强度之和。 x_1 y_2 z_3 分别表示一、二、三水平所对应的结合强度平均值。

行粗化时,镀层的结合强度较小,随着粗化时间的延长而增大,基体表面的微孔变大,数目增多,有利于结合强度的增加。当粗化时间超过 20 min 时,出现过腐蚀,结合强度降低。

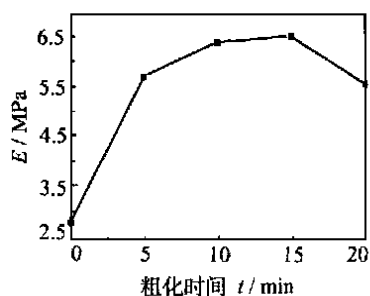


图 1 粗化时间对镀层结合强度的影响

Fig. 1 Effect of roughening time on coating's adhesive strength

2.5 不同基材对沉积速度和结合强度的影响

图 2 表示不同陶瓷材料在相同的施镀条件下镀层的沉积速度和结合强度。从图中可以看出:在陶瓷 PZT-4₂ 表面的沉积速度比在 PZT-4₁ 表面上的沉积速度快,而结合强度却相反。这是由于化学镀镍的催化是属于多相催化,反应是在固相催化剂的表

面上进行。不同材质的催化表面上,所存在的活性中心分布不同,数量不等^[5]。因此不同基体的压电陶瓷所获得的沉积速度和结合强度是不同的。

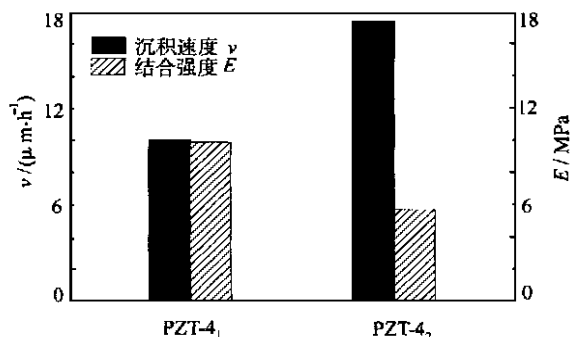


图2 不同基体对镀层沉积速度和结合强度的影响

Fig. 2 Effect of different substrates on adhesive strength and deposition

2.6 镀层耐蚀性的测试

镀层在人工海水中腐蚀率为 0.02 mm/年,耐蚀等级为很耐蚀^[6]。

3 结 论

(1)采用本实验配方可以在 PZT-4 陶瓷表面进行酸性化学镀镍磷,沉积速度较快。

(2)压电陶瓷化学镀层均匀性和致密性良好。镀层具有优良的结合强度和耐海水腐蚀性能。

参 考 文 献

- [1] 吴之传,陶庭先. 陶瓷表面化学镀镍. 材料保护, 1996, 29(7):17~19
- [2] 王 玲. 用化学镀实现陶瓷微粒表面金属化. 材料保护, 1998, 31(7):16~17
- [3] 天津大学化工技术基础实验教研室编. 化工基础实验技术. 天津:天津大学出版社, 1989
- [4] 谢致薇,李瑜煜,黎樵荣,等. 陶瓷基片化学镀铜工艺研究. 表面技术, 1999, 28(3):15~18
- [5] 周荣廷. 化学镀镍的原理与工艺. 北京:国防工业出版社, 1975
- [6] 吴荫顺. 金属腐蚀研究方法. 北京:北京工业出版社, 1992

Acid electroless nickel-phosphorus plating on PZT ceramic

GAO Yan-jing WANG Jian-yun

(College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract: Acid electroless nickel-phosphorus plating on PZT ceramic was studied with hypophosphite as a reducing agent. The plating bath was optimized by investigating the effect of the compositions in the plating bath on adhesive strength and deposition rate with the perpendicular design method. At the same time, the effect of roughening time on the coating's adhesive strength and the corrosive resistance of the film were examined. Experimental results indicated that the film on PZT had a excellent adhesive strength and a seawater corrosion resistant property.

Key words: PZT ceramic; hypophosphite; acid; electroless plating; perpendicular design

本刊加入万方数据(China Info)系统科技期刊群

为了实现科技期刊编辑、出版发行工作的电子化,推进科技信息交流的网络化进程,我刊已入网“万方数据(ChinaInfo)系统科技期刊群”,向本刊投稿并录用的稿件文章,将一律由编辑部统一纳入万方数据(ChinaInfo)系统,进入因特网提供信息服务。本刊所付稿酬包含刊物内容上网服务报酬,不再另付。读者可上因特网(网址: <http://www.chinainfo.gov.cn/periodical>)进入万方数据(ChinaInfo)系统查询检索本刊内容,也欢迎各界朋友通过万方数据(ChinaInfo)系统向我刊提出宝贵意见、建议,或征订本刊。