

# 高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 的化学镀镍

张建云 吴鹏 周贤良 华小珍

(南昌航空工业学院材料工程系,南昌 330034)

**文 摘** 在进行无钯活化预处理后,对高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 进行化学镀镍,研究了温度和 pH 值对镀层和沉积速度的影响。采用 SEM 观察镀层形貌,通过 EDX 测定镀层的镍磷含量,并用 XRD 分析了镀层的显微结构。结果表明:在特殊预处理后,采用化学镀镍,可在高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 表面沉积上致密、均匀、结合牢固的镍镀层,镀层为微晶结构,属于中磷镀层。

**关键词** SiC<sub>p</sub>/Al 复合材料,预处理,化学镀镍,显微结构

## Electroless Nickel Plating on High Volume Fraction SiC<sub>p</sub>/Al

Zhang Jianyun Wu Peng Zhou Xianliang Hua Xiaozhen

(Department of Material Engineering, Nanchang Institute of Aeronautical Technology, Nanchang 330034)

**Abstract** The high volume fraction SiC<sub>p</sub>/Al is processed by electroless nickel plating after activation without palladium. The influences of temperature and pH on plating rate and plating conditions are studied. The coating morphology is observed by SEM. The contents of nickel and phosphorus on the coating are measured by EDX. The microstructure of coating is analyzed by XRD. The results show that a compacting, uniform and tight bonded Ni-P coating is formed on the surface of SiC<sub>p</sub>/Al by electroless nickel plating after special pretreatment. The microstructure of the coating is microcrystal, belonging to medium phosphorous coating.

**Key words** SiC<sub>p</sub>/Al composite, Pretreatment, Electroless nickel plating, Microstructure

### 1 引言

随着航空航天、大规模集成电路、军事电子器材等方面的不断发展,传统的电子封装材料已经满足不了要求。高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 具有较低的线胀系数、较高的热导率和较低的密度,因而它作为一种新型电子封装材料具有广阔的应用前景<sup>[1-3]</sup>。由于高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 中 SiC 含量较高,使其焊接性较差,需要进行表面处理。化学镀镍可有效提高金属基复合材料可焊性,与电镀工艺相比,污染极低,镍的利用率高,得到的 Ni-P 镀层性能优良。本文对高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 表面进行了化学镀镍的研究。

### 2 实验

#### 2.1 材料

高体积分数 SiC<sub>p</sub>/Al 增强相为不规则多面体 SiC 颗粒,体积分数为 55%,平均粒径为 90 μm,基体为 ZL101 铝合金,采用无压渗透法制备<sup>[4]</sup>,其性能见表

1。试样尺寸为 10 mm × 10 mm × 20 mm。

表 1 SiC<sub>p</sub>/Al 的性能

Tab 1 Properties of SiC<sub>p</sub>/Al

线胀系数	热导率	密度	弯曲强度
$/10^{-6} K^{-1}$	$/W \cdot (m \cdot K)^{-1}$	$/g \cdot cm^{-3}$	MPa
8.69	157	2.93	206

#### 2.2 镀镍工艺流程

SiC<sub>p</sub>/Al 抛光——除油——粗化——活化——化学镀镍——吹干。

在工艺流程的每个步骤(吹干除外)之后,均用去离子水清洗。

#### 2.3 测试方法

用 QUANTA200 型扫描电镜观察镀层形貌,在 NCA 能谱仪上测定镀层的镍磷含量,用 ADVANCE-D8 型 X 射线衍射仪做镀层的显微结构分析。镀层结合力测试采用锉刀法,以 45 角锉镀层,再用显微镜观察。

收稿日期:2006-07-26;修回日期:2006-10-31

基金项目:江西省自然科学基金资助(0450100)

作者简介:张建云,1958 年出生,教授,主要从事金属基复合材料及表面改性的研究

### 3 结果及讨论

#### 3.1 预处理

##### 3.1.1 除油

对  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  用丙酮除油 10 min 后的 SEM 形貌如图 1 所示。由图 1 可见,  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  表面干净无污垢, 且  $\text{SiC}$  颗粒分布均匀, 组织致密。

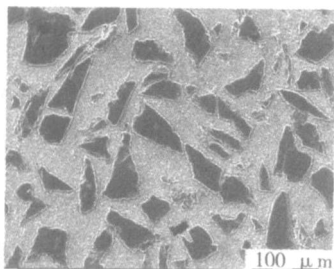
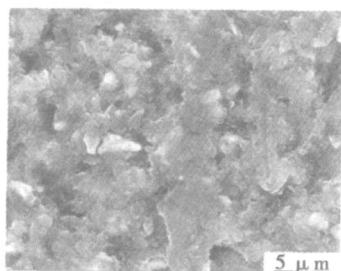


图 1 除油后  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  表面 SEM 形貌

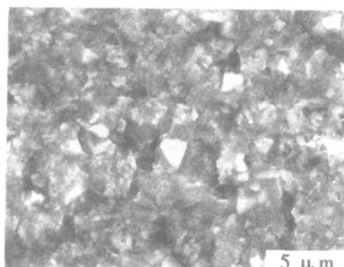
Fig 1 SEM morphology of cleaned  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  surface

##### 3.1.2 粗化

化学粗化有利于提高镀层与复合材料的结合力。 $\text{SiC}_p/\text{Al}$  放在硝酸、双氧水、去离子水 (体积比为 1:1:1) 的混合液中, 粗化 10 min。粗化前后复合材料表面形貌如图 2 所示。由图 2 可见, 粗化后表面粗糙度相对粗化前增大, 表面有较多凹坑, 有利于增加镀层与复合材料表面的结合力。



(a) 粗化前



(b) 粗化后

图 2 粗化前后  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  的表面形貌

Fig 2 Morphology of  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  surface before and after roughening

##### 3.1.3 活化

将复合材料放在醋酸镍、次亚磷酸钠和乙醇以体积比为 1:1:1 组成的活化液中, 活化 10 min, 然后放入 160 恒温箱中恒温处理 30 min, 进行热还原。加热及保温可使活化剂中的镍盐热分解, 从而在惰性表

面形成有效的催化活性单元, 使镀覆过程顺利进行。通过 EDX 测定表明, 活化后在  $\text{SiC}$  颗粒表面包覆有强催化活性的镍元素, 这些镍元素在其后的化学镀镍中就成为催化中心。

#### 3.2 化学镀镍

##### 3.2.1 镀液配方

$\text{SiC}_p/\text{Al}$  化学镀镍的镀液配方见表 2。

表 2 镀液配方

Tab 2 Compounds and content of solution

镀液组成	用量
硫酸镍	20 g/L
次亚磷酸钠	25 g/L
乳酸	30 mL/L
硼酸	20 g/L
氟化钠	1 g/L

##### 3.2.2 镀液 pH 值

镀液的 pH 值对沉积速度有显著的影响, 镀液中氢离子浓度增加, 其活度也增加, 即 pH 值降低, 使次磷酸根的氧化电位及总的氧化还原反应过程的电动势降低<sup>[5]</sup>, 由  $G = -nEF$  ( $G$  为吉布斯函数,  $n$  为物质的量,  $E$  为电动势,  $F$  为法拉第常量) 可知,  $G$  的绝对值减小, 导致还原能力减弱, 表现在施镀过程中, 沉积速度减慢。在 85 时, 改变镀液的 pH 值, 分别测定其相应的沉积速度, 结果如图 3 所示。由图 3 可见, 随着 pH 值的增大, 沉积速度有所提高。

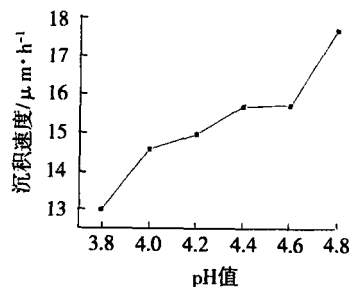


图 3 pH 值对沉积速度的影响

Fig 3 Influence of pH value on plating rate

由图 3 可见, 当 pH 值  $>4.6$  时, 镀液稳定性明显下降, 镀层质量下降。这主要是由于在化学镀过程中很容易析出  $\text{NiHPO}_3$  沉淀, 进而形成催化活性中心而使镀液易于分解。

当镀液 pH 值为  $4.4 \sim 4.6$  时, 稳定性好, 沉积速度快且稳定。因此, 镀液 pH 值取  $4.4 \sim 4.6$  较合适。

##### 3.2.3 镀液温度

温度是影响化学反应动力学的重要参数<sup>[6]</sup>。不同温度下  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  化学镀镍沉积速度见图 4。由图 4 可见, 随着温度的升高, 沉积速度加快。这是因为温度升高, 使沉积反应的氧化还原电位升高, 从而使  $G$  的绝对值增大, 因而有利于沉积反应的进行。但温度

升高,能耗增加,而且镀液的挥发加快,镀液处于热力学不稳定状态,容易分解。所以,应根据实际情况,将操作温度控制在 $(90 \pm 1)$ 。

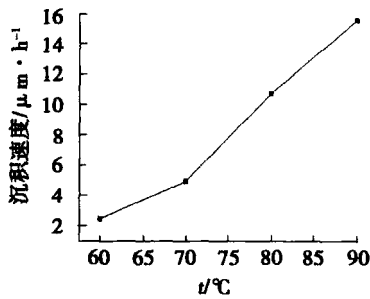


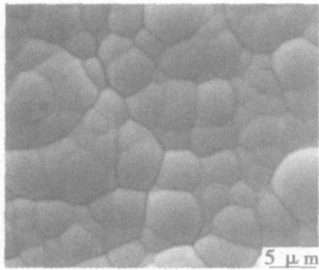
图 4 温度对沉积速度的影响

Fig 4 Influence of temperature on plating rate

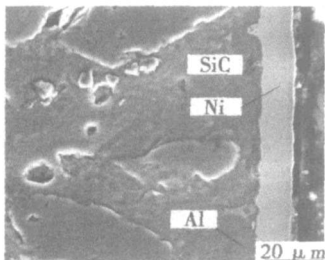
### 3.3 镀层显微结构及成分

#### 3.3.1 显微结构

预处理后的  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  在镀液 pH 值为 4.4~4.6、90 时,施镀 1 h 后,所得镀层的 SEM 形貌见图 5。



(a) 镀层表面



(b) 镀层断面

图 5 镀层的 SEM 形貌

Fig 5 SEM morphology of coating

由图 5 可见,  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  经过化学镀镍后,表面沉积上了一层致密、均匀的镀层。由于化学镀镍开始时,镍以非常小的微晶形式沉积在复合材料表面,微晶不断地长大形成了胞状的粒子,包覆复合材料表面,使得复合材料表面形成了一层致密、均匀的镀层。

镀层的 XRD 谱线如图 6 所示。由图 6 可见,衍射峰呈散漫分布,表现为微晶的特征。此结果与钟惠妹等人<sup>[7]</sup>的研究结果相符。由于镀层中含有磷,磷对镍晶核形成有一定的阻碍作用<sup>[8~9]</sup>,故镀层合金呈微晶态。

宇航材料工艺 2007 年 第 3 期

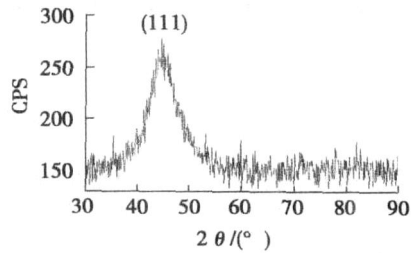


图 6 镀层的 XRD 谱线

Fig 6 XRD pattern of coating

#### 3.3.2 镀层成分

由镀层 EDX 测试结果可知,镀层中磷的质量分数为 10.05%,属于中磷镀层。

#### 3.4 镀层结合力

在镀液 pH 值为 4.4~4.6、镀液温度为 90 的工艺条件下,施镀 1 h 后,用锉刀锉镀层,并借助显微镜观察,看不到起皮现象,表明镀层结合力良好。

### 4 结论

(1) 高体积分数  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  经预处理后,在镀液 pH 值为 4.4~4.6、镀液温度为 90 的化学镀镍工艺条件下,可获得致密、均匀,结合牢固的镀镍层。

(2) 高体积分数  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  化学镀镍的镀层中含磷量为 10.05% (质量分数),属于中磷镀层,镀层为微晶结构。

### 参考文献

- 1 Carl Zveben Advanced materials for optoelectronic packaging Optoelectronics, 2002; (9): 37~40
- 2 崔岩. 碳化硅颗粒增强铝基复合材料的航空航天应用. 材料工程, 2002; (6): 3~6
- 3 Kwangjun Euh, Suk Bong Kang Effect of process parameters on the fabrication of Al-SiC composite sheets by atmospheric plasma spraying method Journal of the Korean Institute of Metals and Materials, 2003; 41 (6): 342~349
- 4 张建云,孙良新,洪平等. 电子封装用  $\text{SiC}_p/\text{ZL101}$  复合材料热膨胀性能研究. 宇航材料工艺, 2004; 34(4): 32~34
- 5 李建三. 低温化学镀镍工艺研究和机理探讨. 华南理工大学学报, 1997; 29(4): 29~32
- 6 姜晓霞,沈伟. 化学镀理论及实践. 北京:中国国防工业出版社, 2000: 83~86
- 7 钟惠妹,黄丽珠,陈日耀等. 超声波化学镀镍工艺. 福建师范大学学报, 2006; 22(2): 57~59
- 8 Narayanan TSNS, Selvakumar S, Stephen A. Electroless Ni-Co-P ternary alloy deposits: preparation and characteristics Surface and Coatings Technology, 2003; 172(6): 298~307
- 9 Sankara Narayanan T S N, Seshadri S K Formation and characterization of borohydride reduced electroless nickel deposits Journal of Alloy and Compounds, 2004; 365(3): 197~205

(编辑 吴坚)