

## Pb계 Ceramics 기지상의 무전해 Ni 도금 Electroless Ni Plating on Pb-base Ceramics

민봉기\* · 유종수 · 최순돈

영남대학교 금속공학 및 재료공학부

### 1. 서론

전자공업의 발달과 더불어 전자부품으로 ceramics의 사용이 점차 확대되고 있는 추세에 따라 ceramics상의 전극이나 미세회로 구성을 위해 표면 금속화(metallizing) 기술이 크게 요구되고 있다. 많이 사용되는 ceramics중 압전체는 기계적인 진동을 전기적인 신호로 변환하는 특성을 가진 것으로 그 재료로는 수정( $\text{SiO}_2$ ), 티탄산지르콘산납 $[\text{Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3]$ , 티탄산납( $\text{PbTiO}_3$ ), 니오브산리튬( $\text{LiNbO}_3$ )<sup>(1)</sup> 등이 있다. 이러한 압전체에 전기적, 기계적 진동을 얻거나, 부여하기 위해서는 부도체인 압전체상에 전극을 형성하여야 한다. PZT상에 전극형성을 위한 무전해 니켈 도금<sup>(2,4)</sup>은, PZT의 소성 조건이나 조성에 따라 내약품성이 변화하고 무전해 도금을 행할 때 각 처리 공정에서 촉매 독<sup>(5)</sup>인 Pb등의 성분이 용출되어 나와 도금에 악영향을 주며 생산단가에 가장 비중이 큰 무전해 도금액의 수명에 큰 영향을 미치므로, 도금 석출이 양호하고 욱의 수명을 연장시키기 위해 적절한 pH의 도금욕을 사용하여야 한다.

본 연구는 PZT상에 전극 형성을 위하여 무전해 니켈 도금 공정의 도금욕 조성과 전처리 조건을 찾고자 한다.

### 2. 실험방법

실험에 사용된 시편은 PZT $[\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3]$ 로  $7.4\text{mm} \times 20\text{mm} \times 1\text{mm}$ 의 판형으로 만들어 사용하였다. 본 실험에서 행한 도금 공정은 degreasing, catalyzing, accelerating, electroless plating 순서로 시행하였다. 무전해 Ni 도금은 금속염으로  $44\text{g}/\ell$   $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 와 환원제로  $11\text{g}/\ell$   $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  그리고 착화제 겸 완충제로  $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 를 각각 사용하여 시행하였다. 이때 pH를 약알칼리성인 9.0으로 도금욕의 온도를  $80 \sim 85^\circ\text{C}$ 로 조절하여 1시간동안 무전해 도금을 실시하였다. pH 조절제는 NaOH,  $\text{NH}_4\text{OH}$ 를 사용하였다. 무전해 Ni 도금층의 표면 및 단면조직은 주사전자현미경(Scanning electron microscopy)으로 관찰하였으며, 표면 저항은 4-point method로 측정하였다. 도금층과 소지사이의 밀착력은 3M tape와 push-pull scale<sup>(6)</sup>을 사용하여 측정하였다. Ni 도금층에 함유된 P 함량은 EDAX에 의해 측정되었으며 자료의 정확도로 판단하건데 이는 정성적인 분석으로 보여진다.

### 3. 실험결과

Pb계 ceramics 기지상의 무전해 Ni 도금에서 여러 가지 도금조건을 변화시키면서 도금

을 실시한 후, 다음과 같은 결론을 얻었다. 첫째, PZT의 전처리조건은 에칭액인 HBF<sub>4</sub>의 농도는 2%, catalyzing액인 HCl의 양은 50ml/ℓ, accelerating액으로는 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>의 조건에서 양호한 도금속도를 얻을 수 있다. 둘째, 도금조건으로 pH=9.0, 도금온도 85℃에서 가장 양호한 도금층을 얻을 수 있다. 셋째, 낮은 표면저항을 가지는 Ni 도금층은 NH<sub>4</sub>OH보다 NaOH를 pH 조절제로 사용하여 pH를 9.0으로 조절할 때 얻을 수 있다. 넷째, pH 조절제로 NaOH와 NH<sub>4</sub>OH를 사용하여 1hr 도금할 때 도금속도는 비슷하였으며, 도금층의 두께는 각각 12.5μm, 12.75μm이었다. 이와 같이 구한 최적의 무전해 도금 공정은 Table 1과 같다.

Table 1. Preliminary process to obtain optimal electroless Ni deposition

Process	Chemical composition	Temperature	Time
Degreasing	CH <sub>3</sub> OH and NaHCO <sub>3</sub>	25℃	5 min(each)
Etching	HBF <sub>4</sub> 0~2%	25℃	1~5 min
Catalyzing	PdCl <sub>2</sub> 0.4g/ℓ SnCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O 20g/ℓ, c-HCl 25~200ml/ℓ	45℃	1 min
Accelerating	10% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> or 50g/ℓ NaOH	25℃	5 min
Electroless Ni plating	NiCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O 44g/ℓ NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> · H <sub>2</sub> O 11g/ℓ C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> O <sub>7</sub> Na <sub>3</sub> · 2H <sub>2</sub> O 50g/ℓ NH <sub>4</sub> Cl 50g/ℓ pH=9.0	80~85℃	1 hr

\* rinsing with distilled water between each step

#### 참고문헌

1. B. Jaffe, W. R. Cook, J. r. and H. Jaffe, Piezoelectric Ceramics, Academic Press, London, (1971)
2. G. G. Gawrilov : Chemical (Electroless) Nickel Plating , Portcullis Press (1979)
3. A. Brenner and G. E Riddell : J. Reserch National Bureau Standards, (1946) 371
4. A. Brenner and G. E Riddell : U.S. Patent 2,532,283 (1950)
5. 김남일, 장시성, " 무전해 도금 " 동아출판사, pp 56-57 (1996)
6. Coatings Technology Handbook, pp 63-77