

PZT상의 알칼리성 무전해 Ni 도금시 pH가 도금피막에 미치는 영향
The Effect of pH on Electroless Ni Deposition
in Alkaline Solution on PZT

유 종 수* , 민 봉 기* , 최 순 돈* , 신 현 준**

*영남대학교 공과대학 재료금속공학부

**영남이공대학 금속·금형설계과

1. 서론

최근 전자공업의 발달과 더불어 전자부품에 ceramics의 사용이 점차 확대되고 있는 추세이다. 특히 전기 에너지와 기계 에너지간의 변환소자로서의 기능을 가진 압전 ceramics인 PZT는 우수한 압전효과로 인해 초음파 진동자로서 해저의 깊이 측정, 어군탐지, 태아진단, 재료의 결합조사, 맥박, 혈류측정, 고전압 발생장치로서 압전 착화소자, 압전 트랜스 및 액추에이터 등에 광범위하게 활용되고 있다¹⁾. 이러한 압전 ceramics에 전기적 신호나 기계적 진동을 얻기 위해서는 부도체인 압전 ceramics상에 전극을 형성하여야 한다. 압전소자인 PZT는 소성 조건이나 조성에 따라 내약품성이 변화하고, 소자표면의 물성도 변화한다. PZT상에 전극형성을 위한 무전해 니켈 도금^(2,4) 수행 시 도금욕이 산성분위기를 띄면 PZT 시편표면에 촉매독으로 작용하는⁵⁾ Pb 등의 성분이 용출되어 나와 Pd 촉매의 흡착을 방해하게 되어 결국 도금에 악영향을 미치게 된다. 또한 도금욕에서 Pb 성분이 용액으로 녹아 나오면 생산단가에 있어서 비중이 가장 큰 무전해 도금액의 수명에 큰 영향을 미치므로, 도금 석출이 양호하고 욕의 수명을 연장시키기 위해 중성에서 약알칼리 범위의 적절한 pH범위의 도금욕을 사용하여야 한다.

따라서 본 연구에서 PZT세라믹상의 무전해 Ni도금의 최적의 공정을 확립함과 동시에 무전해 Ni 도금 시 도금액의 pH가 도금피막에 어떠한 영향을 주는지 조사하고자 한다.

2. 실험방법

실험에 사용된 시편은 PZT[Pb(Zr,Ti)O₃]로 7.4mm×20mm×1mm 의 판형으로 만들어 사용하였다. 본 실험에서 행한 도금 공정은 degreasing, etching, catalyzing, accelerating, electroless plating 순서로 시행하였다. 무전해 Ni 도금은 금속염으로 0.185M NiCl₂·6H₂O 와 환원제로 0.104M NaH₂PO₂·H₂O 그리고 착화제 겸 완충제로 C₆H₅O₇Na₃·2H₂O 및 NH₄Cl을 각각 사용하여 시행하였다. 이때 pH는 pH 조절제로 NaOH, NH₄OH를 사용하여 7.0~9.0범위로 변화시키며 도금하였고, 도금욕의 온도

를 $85 \pm 1^\circ\text{C}$ 로 조절하여 1시간동안 무전해 도금을 실시하였다. 무전해 Ni 도금층의 표면 및 단면조직은 주사전자현미경(Scanning electron microscopy)으로 관찰하였으며, 표면저항은 4-point method로 측정하였다. 도금층과 소지사이의 밀착력은 3M tape와 push-pull scale⁽⁶⁾을 사용하여 측정하였다. 도금피막의 인함량 분석⁽⁷⁾은 EDS(Energy Dispersive Spectrometry ; FISON KEVEX SiGMA, U.S.A.)를 사용하여 측정하였으며, 도금층의 경도⁽⁸⁾변화는 마이크로 비커스 경도계(Akashi사, MVK-H1)를 사용하여 하중 100g, 측정시간 15초로 하여 조사하였다.

3. 실험결과

Pb계 ceramics 기지상의 무전해 Ni 도금에서 여러 가지 도금조건을 변화시키면서 도금을 실시한 후, 다음과 같은 결론을 얻었다. 첫째, PZT의 전처리조건에 따라 도금 상태에 큰 차이를 나타내었다. 따라서 전처리조건은 우선 etching조건은 2% HBF₄로 1.5분 etching하는 것이 적당하며, catalyzing액의 HCl농도는 50(ml/ℓ), accelerating액으로는 10%의 H₂SO₄로 하는 것이 좋은 도금피막을 얻을 수 있다. 둘째, pH가 증가할수록 석출속도도 증가하고, pH조절제로 NH₄OH를 사용한 경우가 NaOH를 사용한 경우보다 석출속도가 빨랐다. 셋째, pH가 증가할수록 도금피막중의 인함량은 감소하는 경향을 나타낸다. pH 조절제로 NaOH를 사용한 경우 NH₄OH를 사용한 경우보다 인함량이 높았지만 pH 8.5이상에서는 오히려 낮다. 넷째, pH가 증가할수록 도금피막의 표면접촉저항은 감소하며, NaOH를 pH조절제로 사용한 경우가 NH₄OH를 사용한 경우보다 비교적 낮은 저항값을 나타내고 있다. 또한 pH가 증가할수록 도금피막의 미소 경도값은 증가하지만, 측정오차를 생각할 경우 pH조절제에 따른 경도값의 변화는 큰 차이를 보이고 있지 않다. 다섯째, 석출속도, 표면접촉저항, 경도, 인함량 등은 pH 7.0 ~ 8.0 범위에서 급격히 변화한다. 마지막으로 소지와 도금피막간의 밀착력은 pH9.0을 제외하고는 비슷하다.

참고문헌

1. 박창엽 "전기전자용 세라믹스" 반도체출판사, pp 88-307 (1997)
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
7. 김남일, 장시성, " 무전해 도금 " 동아출판사, pp 121-136 (1996)
8. Wolfgang Riedel : "Electroless Nickel Plating" pp 120-122 (1989)

-구두발표-