

무전해NiReB합금피막의 결정구조에 미치는 Re 및 B의 영향
Effect of Re and B on the Structure of Electroless NiReB Films

김 만*(한국기계연구원) 逢坂哲彌(早稻田大學)

1. 서론

무전해NiB피막은 환원제중에 함유된 B가 막중에 혼입해서 그 함유량에 따라 피막 구조나 특성이 변화하는 것이 알려져 있고, 약2.5wt%이상의 B를 함유하는 피막에서는 비정질이 된다. 이 비정질NiB피막은 열처리 함으로써 피막의 경도, 내마모성이 우수한 피막이 얻어지고, 또 납땀성이 양호하고, 접촉저항치가 낮은 특징을 가지고 있으므로 전자디바이스에 응용이 기대되고 있다.

지금까지 연구는 주로 무전해NiB계에 있어서 피막중에 B함유량에 의한 피막의 물성변화와 구조에 관해서 다수 보고되어있지만, 금속원소가 첨가된 무전해NiXB계에 대한 연구는 많지 않다. 이원계 무전해NiB합금에 텅스텐, 몰리브덴, 철, 코발트나 주석을 공석시킨 3원계 무전해도금이 보고되고 있다. Re을 무전해니켈계 도금에 공석시킨 예로서는 무전해 NiP도금욕에 Re을 첨가하여 저항피막을 제작하는 연구가 보고되어 있다. 본 연구에서는 무전해NiB피막에 Re을 첨가하여 저항피막으로서의 특성을 조사하기 위하여 무전해NiReB 피막을 제작하고 피막의 결정구조를 파악하여 저항재료로서의 새로운 물성을 검토하는 것을 시도하였다.

2. 실험방법

본 실험의 기본욕 조성 및 조건을 Table1에 나타내었다.

Table1 Bath composition and operating conditions for electroless NiReB plating

Composition	Concentration(moldm ⁻³)
Nickel Sulfate	0.1
DMAB	0.03
Complexing Agents	0.1
Ammonium perrhenate	0.0005 ~ 0.01
Stabilizer	2ppm as Pb(NO ₃) ₂
pH	6.5(adjust by H ₂ SO ₄ /NaOH)
Temperature	70°C

착화제로서는 구연산나트륨과 디에틸렌트리아민을 사용하고 과레늄산암모늄 농도를 0.0005~0.01mol/dm³범위에서 변화시켜 검토하였다. 안정제로서는 질산납을 2ppm첨가하였다. 기판은 알루미나 기판을 사용하였으며 합금성분의 분석은 ICP발광분광분석 장치를 이용했다. 도금한 시료의 표면은 SEM을 사용하여 관찰하고, 결정화과정과 구조해석에는 DSC와 XRD 및 TEM을 이용하였다.

3. 결과 요약

DMAB를 환원제로 이용한 무전해NiReB도금에 있어서 과레늄산암모늄 농도를 변화시켜 피막을 제작하고, 그때 피막중의 Re 및 B함유량이 피막구조 및 결정화에 미치는 영향을 검토하여, 다음의 결과를 얻었다.

1. 착화제의 종류에 관계없이 과레늄산암모늄 농도가 0.005mol/dm³까지의 영역에서 피막중의 Re함유량은 급격하게 증가하지만, B함유량은 급격하게 감소하였다.
2. 피막중에 Re함유량이 증가할수록, 표면의 입자사이즈는 미세하고, 피막중에 미세한 크랙이 증가하였다.
3. 도금한 상태에서 약 15wt%이하의 저 Re함유량에 B함유량이 약2wt%이상에서는 결정상을 미량 함유한 비정질상이 주체이고, B함유량이 그 이하에서는 비정질상을 미량 함유한 결정상으로 구성되어 있다. 또 고 Re함유량에서는 B함유량이 모두 2wt%이하로 주로 NiRe의 미세결정상으로 구성된 것을 명확하게 하였다.
4. 저 Re, 고 B피막은, 400℃의 열처리에 의해 fccNiRe피크와 결정화된 Ni₃B의 피크가 확인되고 fccNi(111)과 fccNi(200)피크보다 저각도쪽으로 피크가 이동하였다. 또 400℃이상에서는 회절반점이 명료하게 확인되었다. 고 Re, 저 B피막은 500℃의 열처리에 의해 결정화한 fccNiRe피크만 확인되고, hcpRe(101)피크보다 고각도쪽으로 피크가 이동하였다. 이 피막은 700℃의 열처리에 의해 Ni₃B의 회절반점이 희미하게 확인되었다.

참고문헌

1. 金滿, 東川太一, 飯塚 淳, 逢坂哲彌 : 表面技術, Vol.48 (1997) 1099
2. 金滿, 飯塚 淳, 久保宮敬幸, 逢坂哲彌 : 表面技術, Vol.50 (1999) 294
3. 金滿, 飯塚 淳, 久保宮敬幸, 逢坂哲彌 : 表面技術, Vol.50 (1999) 353
4. T.Osaka, T.Honma, M.Fukawa, H.Iwamoto, and J.Kawaguchi, *Denki Kagaku*, Vol.59 (1991) 723
5. T.Osaka, M.Fukawa, and J.Kawaguchi, *Denki Kagaku*, Vol.60 (1992) 523
6. 川口 純, 府川 眞, 石井賢哉, 逢坂哲彌 : 表面技術, Vol.44 (1993) 44
7. 川口 純, 逢坂哲彌 : 表面技術, Vol.45 (1994) 1146