

## 研究简报

## 玻璃表面的无钯活化化学镀镍

王森林\*

吴辉煌

(华侨大学材料科学与工程学院 泉州 362011) (厦门大学化学系, 固体表面物理化学国家重点实验室 厦门)

关键词 化学镀镍, 无钯活化, 玻璃

中图分类号: O646

文献标识码: A

文章编号: 1000-0518(2003)05-0491-02

在非金属基体上化学镀镍, 一般要先在基体上形成一层化学镀的催化剂, 传统工艺是采用  $\text{PdCl}_2\text{-SnCl}_2$  活化-敏化法<sup>[1]</sup>。该工艺处理过程复杂, 而且使用有毒的  $\text{PdCl}_2$ , 其价格昂贵。因此无钯活化法将带来巨大的经济效益和社会效益。我们曾在这方面进行了有益的尝试, 如将玻璃表面经喷雾热解形成  $\text{ZnO}$ , 然后吸附银盐, 活化还原, 再化学镀<sup>[2]</sup>。李兵等<sup>[3]</sup>研究了非金属材料无钯催化活化工艺。研究了活化时间及温度对覆盖度的影响, 但未给出具体活化液配方。本文提出了玻璃表面的一种无钯活化镀镍液配方, 该配方由醋酸镍、甲醇、柠檬酸钠和氨组成。将处理后的玻璃浸渍于活化液中, 然后进行热处理, 最后化学镀镍, 可得表面光亮的银白色的镍镀层。

热分析 (DTA-TG) 采用 SDT-2960 型差热-热重分析仪 (美国 TA 公司),  $\text{N}_2$  气保护, 升温速度  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 。XRD 实验在 D/max-RC 转靶 X 射线衍射仪 (日本 Rigaku 公司) 上进行, Cu 靶  $K\alpha$  射线, 扫描速度  $8^\circ/\text{min}$ 。采用化学容量法分析镀层组成。

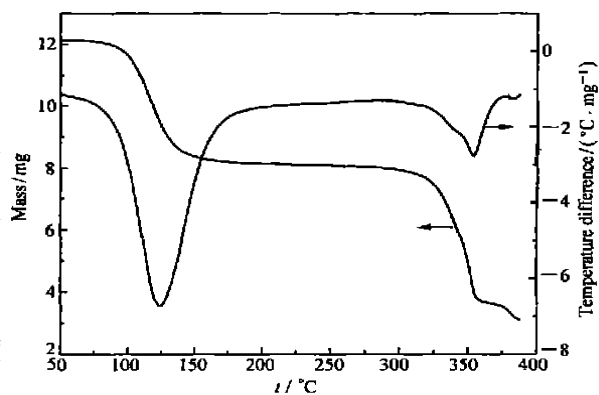
化学镀镍: 玻璃基体经碱性化学除油, 用氟化物刻蚀使其表面具有一定的粗糙度, 再在活化液中浸渍。活化液的配制方法如下: 将  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  80 g, 柠檬酸钠 96 g, 溶于 1 L 甲醇液中, 用氨水调节溶液的  $\text{pH}=8.0$ 。反复浸渍晾干 2~3 次, 使玻璃表面吸附一层活化液。然后将此基体在恒温电热箱中加热至  $310^\circ\text{C}$ , 保温 20 min, 得到表面有单质镍的基体, 最后化学镀镍。化学镀的镀液组成及工艺条件为:  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  为 30 g/L,  $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  为 30 g/L,  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$  (柠檬酸) 为 18 g/L,  $\text{Na}(\text{CH}_3\text{COO}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  为 25 g/L, 温度  $85^\circ\text{C}$ ,  $\text{pH}$  值为 6~7 (采用  $\text{H}_2\text{SO}_4$  调节), 载荷量  $24\text{ cm}^2/\text{L}$ , 镀覆 2 h。

## 结果与讨论

图 1 为  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  的差热分析谱。图中可见, 在约  $125^\circ\text{C}$  的吸热峰对应其脱结晶水; 在约  $357^\circ\text{C}$  的吸热峰对应其分解反应。并且从  $310^\circ\text{C}$  即开始分解。因而确定热处理温度为  $310^\circ\text{C}$ , 保温 20 min。

在活化液热分解后产物的 XRD 谱图 (图 2) 上  $44^\circ$  附近为六方镍 ( $\text{P6}_3/\text{mmc}$ ) 峰; 约  $37^\circ$  和  $62^\circ$  附近为立方  $\text{NiO}(\text{Fm}3\text{m})$  峰, 六方单质镍为化学镀的催化活性中心。

经化学容量法分析, 化学镀镍层组成为 Ni 88.4%, P 11.6% (质量分数), 属于高磷镀层。此镀层的 X 射线衍射图谱见图 3。图中可见, 在约  $45^\circ$  处有 1 宽的弥散峰, 表明其为非晶结构。这与在低碳钢基体上化学镀 Ni-P 合金镀层的组成和结构一致。

图1  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  的差热-热重分析曲线Fig. 1 DTA-TG curves of  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

所得镀层和基体结合良好,难以将其从基体上撕下。

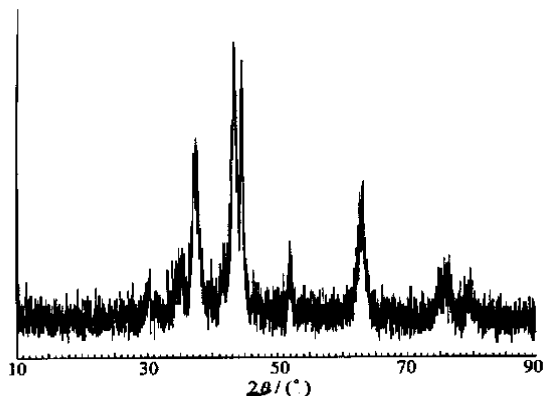


图 2 醋酸镍在 310 °C 热处理 20 min 后的 XRD 谱图

Fig. 2 XRD spectrum of  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$   
after being heated at 310 °C for 20 min

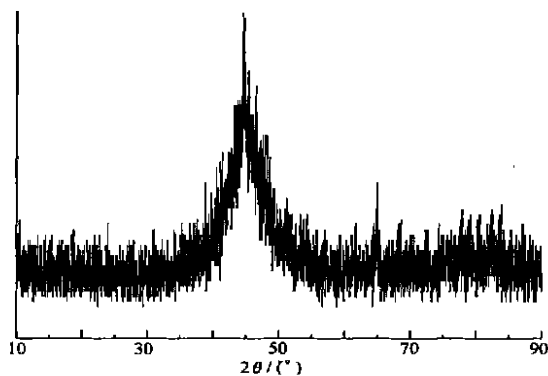


图 3 化学镀 Ni-P 合金的 XRD 谱图

Fig. 3 XRD spectrum of electroless  
deposition Ni-P alloy

### 参 考 文 献

- 1 Yoshiki H, Kitahara H, Hashimoto K, *et al.* *J Electrochem Soc* [J], 1995, **142**(2): 428
- 2 WANG Sen-Lin(王森林), LIU Ming-Guang(刘明光), LU Xue-Rong(卢雪蓉), *et al.* *Chin J Mater Protec*(材料保护)[J], 2000, **33**(10): 9
- 3 LI Bing(李兵), WEI Xi-Wen(魏锡文), ZHANG Chao-Yang(张朝阳), *et al.* *Chin J Mater Protec*(材料保护)[J], 2001, **34**(2): 17

## Electroless Nickel Plating on Glass Substrate by Palladium-Free Activation

WANG Sen-Lin \*

(College of Materials Science and Engineering, Huaqiao University, Quanzhou 362011)

WU Hui-Huang

(State Key Laboratory for Physical Chemistry of Solid Surface, Department of  
Chemistry, Xiamen University, Xiamen 361005)

**Abstract** A new process of electroless plating of nickel on glass substrate without using conventional palladium chloride solution activator has been developed. The activation solution consists of nickel acetate, citric acid, and methanol. Heat treatment process of activation solution has been monitored by DTA-TGA and XRD. The results show that the activation solution was completely decomposed into hexagonal Ni and cubic NiO at 310 °C. The amorphous electroless deposits was determined by XRD and it contains Ni 88.4% and P 11.6% (mass fraction) by chemical analysis.

**Keywords** electroless nickel plating, palladium-free activation, glass