

STS 304L powder 상의 무전해 니켈 도금

박소연, 이종권*
순천향 대학교 신소재공학과
jude823@naver.com

Electroless nickel plating on STS 304L powder

So-Yeon Park, Jong-Kwon Lee*
Dept. materials Engineering, Soonchunhyang University

요약

Nickel was plated electrolessly on 304L stainless steel powder. To obtain uniform coating and dispersion of powder, the bath was continuously agitated with magnetic stirrer. The various pH and bath temperatures were studied. The conditions were in the range of pH4~10 and 45~65°C, respectively. The coating morphologies were examined by SEM/EDS tests. The optimum condition was pH9 at 55°C.

1. 서론

일반적으로 각종 전자부품을 지지하거나 보호하는 역할을 하는 케이스는 경량이면서 가공이 용이하고 생산원가가 저렴한 플라스틱이 주로 사용되어왔다. 그러나 각종 전자기 기기에서 발생하는 전자파를 차폐하지 못하는 단점이 있다.

따라서 도금된 금속 분말을 첨가하여 전자파를 차단할 수 있도록 할 경우 가볍고 외관성이 좋고 가공이 용이하며 경제적인 플라스틱의 장점을 이용하면서 동시에 도금된 금속분말을 플라스틱 내에 첨가하여 전자파를 차단할 수 있는 부품을 제조할 것으로 생각된다.

스테인리스강은 내구성과 내 부식성이 좋아 산업계에서 널리 사용되고 있다. 또한 도금공정 중 표면에 부식이 발생하는 것을 막을 수 있는 장점도 있다. 그러나 스테인리스강의 이러한 장점이 표면의 강한 부동태 피막에 기인하는데 산화물성분이므로 도금에는 어려움이 되고 있다.^{(1),(5)}

본 연구에서는 스테인리스강의 부동태 피막을 효

과적으로 제거하여 스테인리스 분말상의 무전해 도금 공정을 연구하고자 하였다.

2. 실험방법 및 측정

본 실험에서 행한 전반적인 실험방법을 개략적으로 나타내면 Fig 1.와 같다.

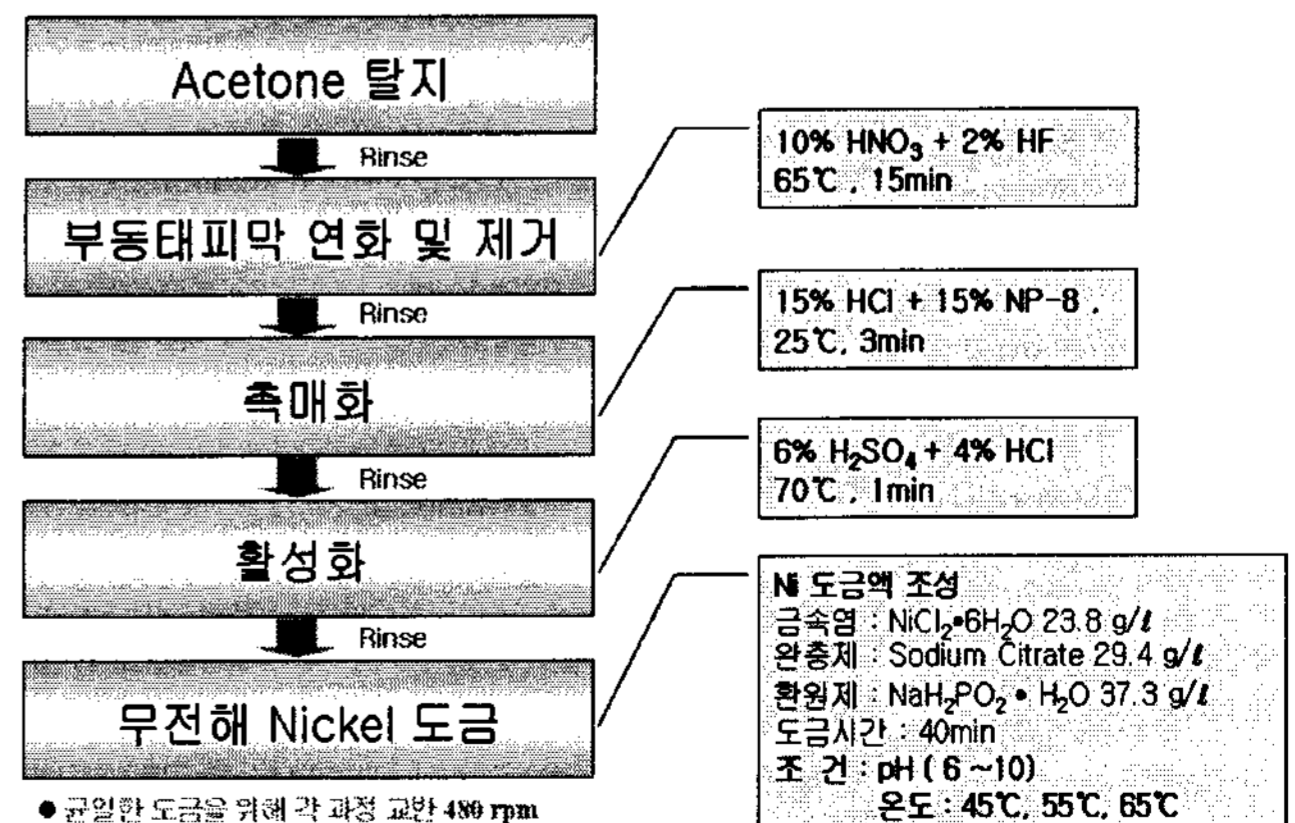


Fig 1. Schematic Diagram of Experimental Procedure^{(1),(2)}

2.1 시료

본 실험에서 사용되는 304L stainless steel powder는 27~32 μ m의 입도분포를 가지고 있으며 Kaya AmA Inc.제작한 304L stainless steel powder를 사용하였다.

2.2 도금공정

본 실험에서 행한 도금공정은 그림1에 나타낸 바와 같이 탈지, 세척, 촉매화, 활성화, 무전해 도금 순이다.

비커에 STS 304L분말을 넣고 아세톤 용액 내에서 초음파 탈지 처리를 한 후, 10% HNO₃와 2% HF을 섞은 용액에 65 $^{\circ}$ C에서 15분간 약 480rpm으로 교반하여 부동태피막 연화 및 제거 공정을 실시한다. 그 후 상온에서 15% HCl 와 15% NP-8을 섞은 용액에 3분간 촉매화 공정, 6% H₂SO₄와 4% HCl을 섞은 용액에 70 $^{\circ}$ C에서 1분간 활성화 공정을 거친 후 무전해 Ni 도금을 하게 된다. 니켈 도금액은 금속염으로 NiCl₂·6H₂O 23.8 g/l, 완충제로 sodium citrate 29.4 g/l, 환원제로 NaH₂PO₂·H₂O 37.3g/l로 이루어졌다.^{(4),(7)}

도금시간은 40분간 처리하였고, 도금액의 pH는 6~10, 도금온도는 45 $^{\circ}$ C~65 $^{\circ}$ C로 실험하였다. 또, 각 공정사이에 증류수로 빠르게 수세하고, 교반 속도는 모든 공정에서 약 480rpm으로 하였다.

2.3 측정방법

2.3.1 SEM, EDS분석

STS 304L 분말상의 Ni도금된 표면을 관찰하기 위해서 SEM, EDS를 이용하여 분석하였다. 주사전 자현미경(Jeol, JSM-5310)으로 도금된 분말표면을 관찰하였으며, Ni도금의 정성분석을 위하여 EDS(Jeol, EDS-6587)로 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 pH에 따른 분말도금

무전해 도금시, 도금액의 pH는 도금에 매우 큰 영향을 준다.

분말의 전처리 공정은 탈지, 세척, 촉매화, 활성화를 거치고 무전해 도금공정을 실시할 때 도금온도와 도금시간은 일정하게 유지하고, pH만을 4~10으로 변화시켰다

Fig 3을 보면 pH7의 중성을 기준으로 산성의 pH

즉, pH 4, 5에서는 도금이 전혀 이뤄지지 않았다. 그러나 pH7 기준으로 pH 8, 9, 10의 경우는 분말에 도금이 되었으며 특히 pH 9 와 pH 10 에서는 Ni의 함량이 80%이상 석출되어 도금에 가장 적합한 pH는 알칼리성이며, 대체로 pH9-10 정도라는 것을 알 수 있었다.

표2에 도금액의 pH변화에 따른 Ni과 P그리고 Cr과 Fe의 함량을 나타내었다.

표2에 나타난 바와 같이 304L STS 분말에 도금할 때 크롬과 철이 분석되었으며 이것으로 보아 stainless steel 성분이 같이 검출되었음을 알 수 있다. 이는 EDS 분석할 경우 얇은 3 μ m이하로 도금피막이 생성되었다면, X-ray가 도금피막 뿐이 아닌, 원래 피도금 물체의 모재 까지 X선이 침투하여 모재성분까지 분석되기 때문이다. 도금액의 pH가 올라감에 따라 크롬과 철의 검출량이 떨어졌으며 이것으로 보아 도금의 두께가 점점 더 증가한 것으로 생각된다.

pH에 따른 도금의 함량은 비슷하나, 도금액이 알칼리성을 띠는 때 도금이 우수하게 나왔으며, pH9와 pH10을 살펴보면 Ni분말이 마치 눈꽃송이처럼 Ni의 뭉쳐져 있는 모습을 볼 수 있다.

그리고 그러한 경향은 pH가 높아질수록 커지는 것도 알 수 있다.

pH가 높아질수록 nickel의 함량이 많아진 이유는 Fig.2에 나타낸 pH-전위 그래프에서 알 수 있듯이, 환원제(H)에 따른 Ni의 전위차가 pH가 증가할수록 증가하게 되어 그만큼 환원력이 증가하여 결국 도금량이 증가하게 되는 것으로 사료된다.

Table 2. Result of EDS Analysis of coating layer

pH	Ni(%)	P(%)	Cr(%)	Fe(%)
pH4	None plated			
pH5				
pH6	24.00	3.43	4.56	68.01
pH7	68.36	12.05	15.32	12.06
pH8	75.84	15.61	1.98	6.57
pH9	82.86	12.36	1.27	3.52
pH10	82.54	14.33	0.94	2.37

3.2 도금액의 pH와 도금온도에 대한 결과

도금에서 pH외에 중요한 환경요소로 온도를 들 수 있다. 특히, nickel도금은 상온의 도금이 아닌 일

정수준이상의 온도에서 도금이 되므로, 온도의 영향은 필시 도금에 많은 영향을 준다. 그러므로 도금 온도를 45°C, 55°C, 65°C의 세 경우로 비교해 보도록 하였다. pH의 변화와 온도의 변화를 살펴본 결과, 분말의 도금은 도금액의 알칼리성, 특히 pH 9-10이 가장 잘되며, 55°C의 온도에서 nickel 도금이 가장 큰 것으로 확인되었다.

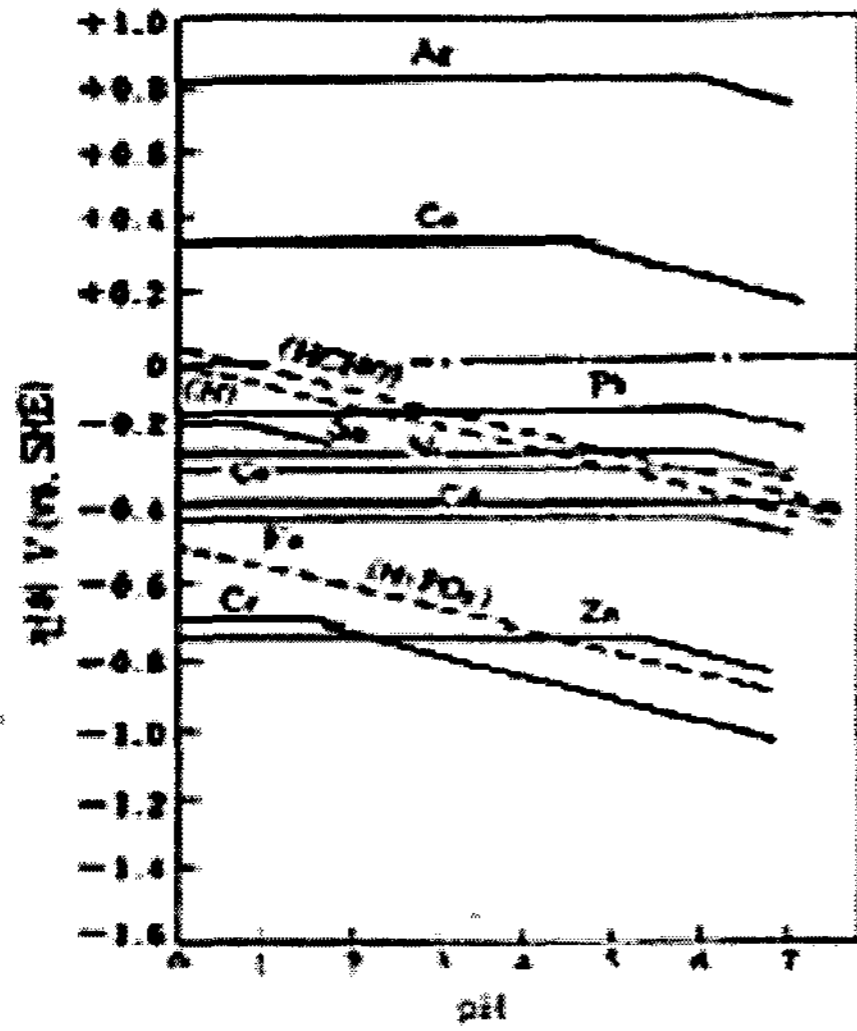


Fig. 2. E-pH(25°C) Diagram⁽⁸⁾

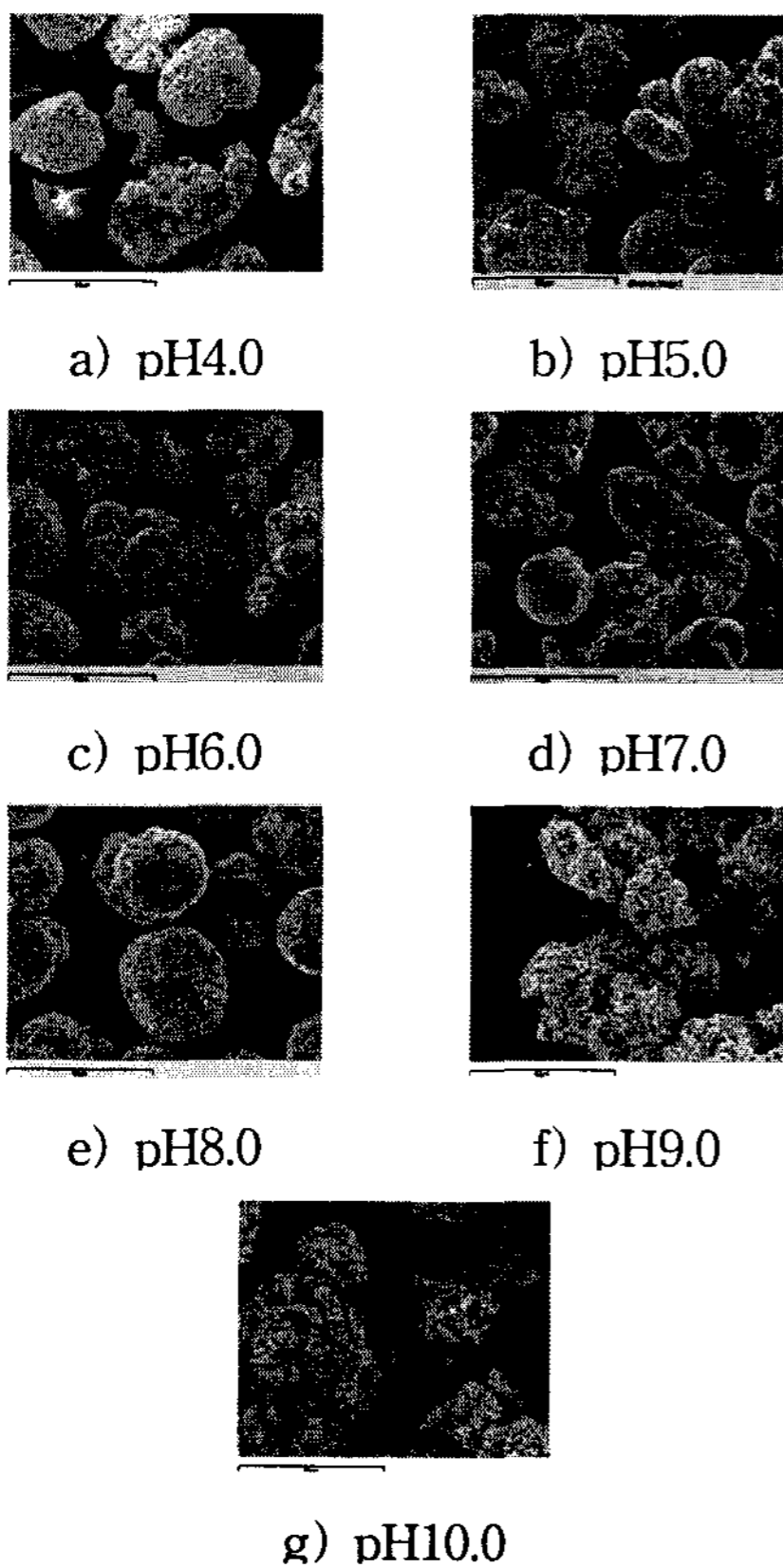


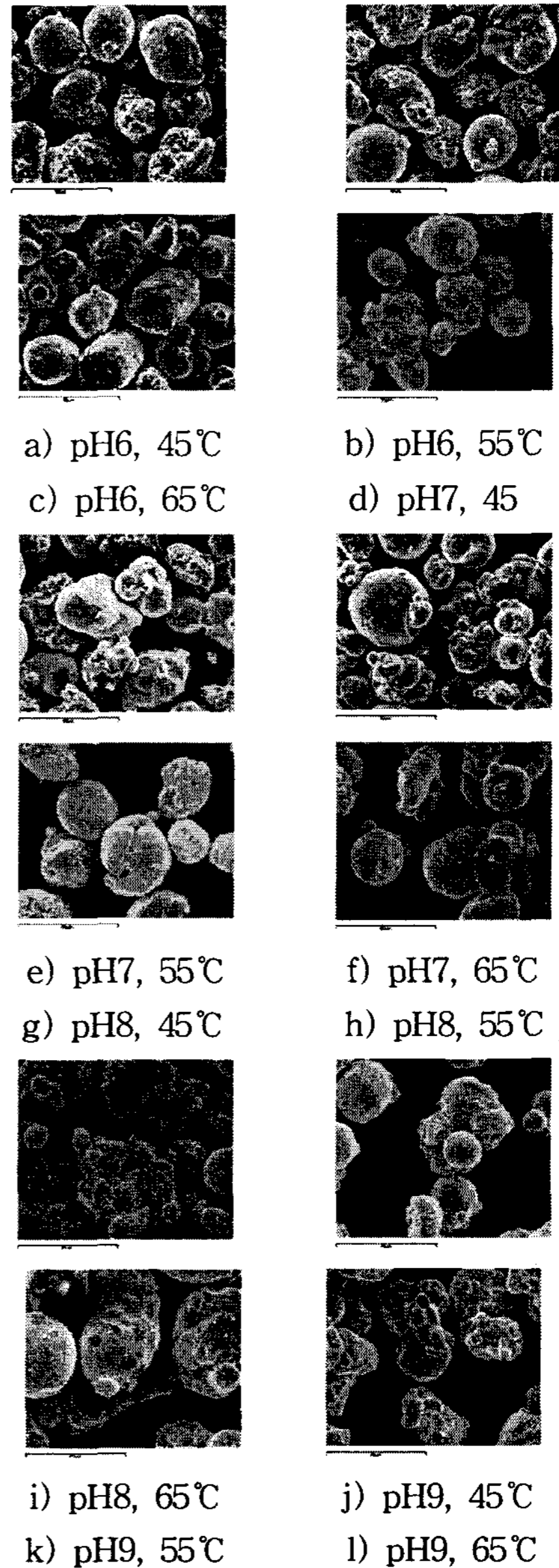
Fig 3. E-pH(25°C) Diagram

Fig 4에서 pH 9와 10에서 60°C가 넘었을 때 nickel이 뭉쳐있는 것을 볼 수 있는데 이것으로 보아 도금온도가 높을수록 도금속도가 빨라지나 지나치게 높으면 석출물들이 분말에 균일하게 도금되지 않고 거친 분말상으로 도금이 되며 도금온도가 분말 도금의 표면을 고르게 하는데 매우 중요함을 알 수 있다. 각각의 pH와 온도에 따른 도금함량을 그림5에 나타내었다.

도금량은 nickel과 P(인)의 atomic%를 서로 합한 값의 백분율로 나타내었다.

즉,

$$\text{도금의 정도} = \frac{\text{전체(1)}}{(\text{Ni(Atomic\%)} + \text{P(Atomic\%)})} \times 100 \dots \text{식(1)}^{(5)}$$



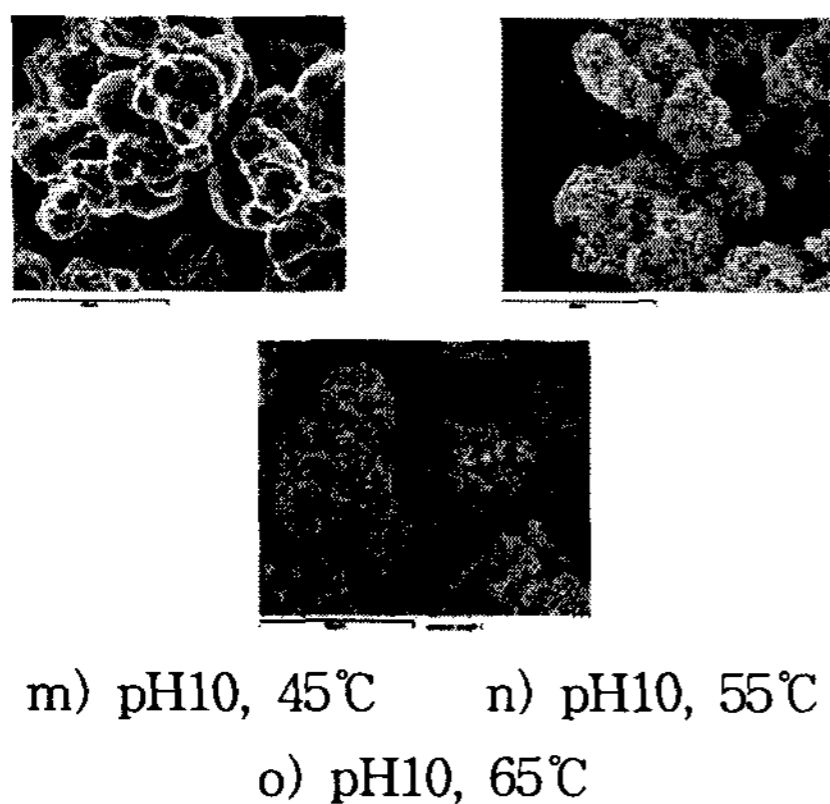


Fig 4. SEM Images of Coated STS powder

pH 6과 7에서는 도금함량이 80%이하로 온도를 높여도 도금이 쉽게 되지 않았으며 pH9와 10에서는 실험하기 전 온도 범위에 걸쳐 90%이상의 도금이 된 것을 확인할 수 있다. 그러나 65°C 이상의 온도에서는 도금함량은 90% 이상일지라도 석출된 Ni이 거칠게 뭉쳐있어 좋은 효과를 얻기가 어려울 것으로 생각된다.

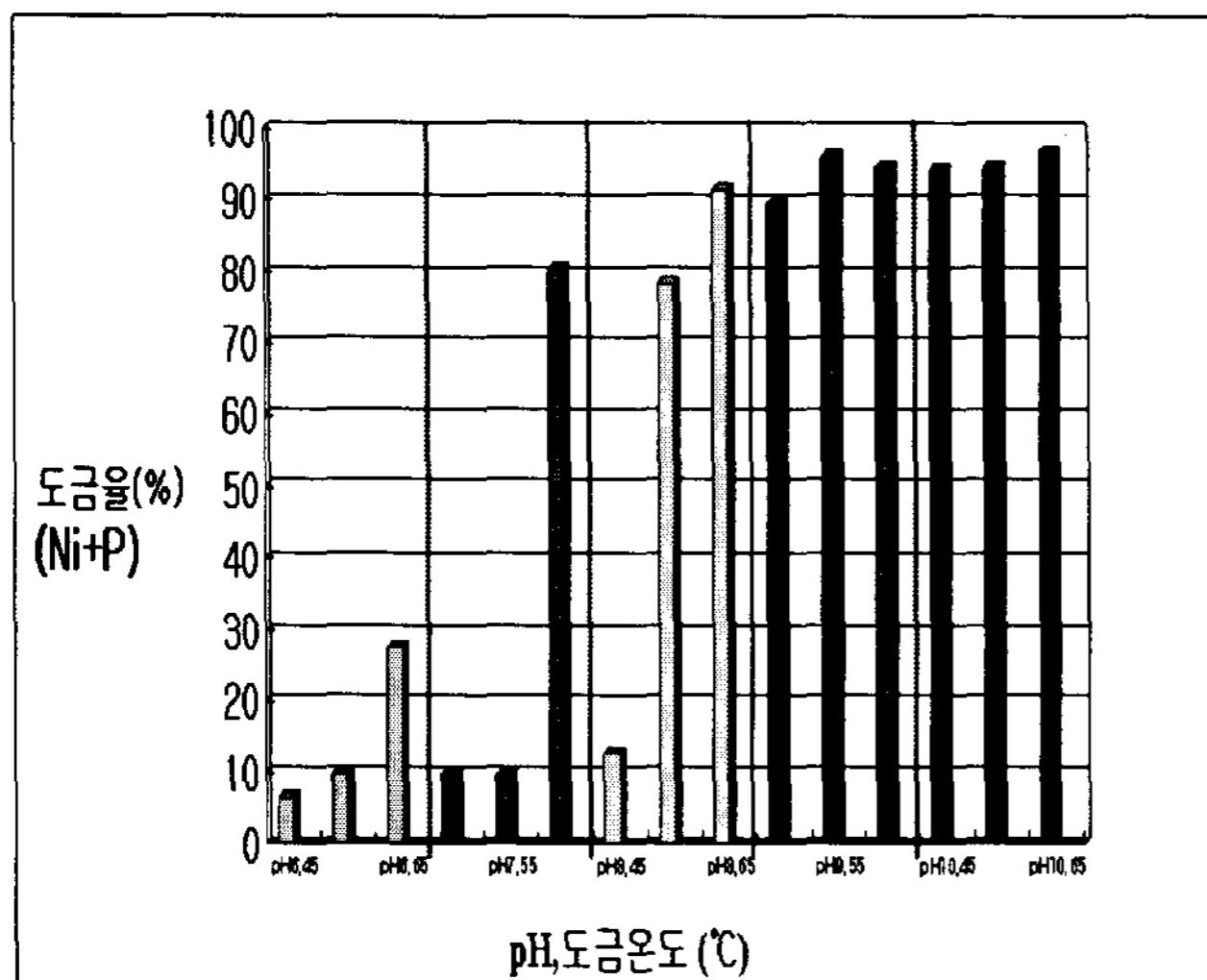


Fig 5. Nickel and Phosphorus contents of Coating layer

4. 결론

1) 실험에 사용한 STS powder를 입도 분석한 결과 STS powder를 이용하여 전처리 조건과 도금액의 온도와 pH를 변화시켜 Ni도금을 하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다. 32 μ m의 분포가 52.80%였고 27 μ m가 39.33%였다. 위의 결과를 바탕으로 실험에서 사용한 STS powder는 27~32 μ

m 크기를 가지고 있음을 알 수 있다.

2) 도금액의 온도와 pH를 변화시키면서 실험한 결과, 65°C 온도의 pH7, pH9, pH10에서 88.10%, 96.25%, 94.71%로 도금율이 가장 높은 것으로 확인되었다. 또한 온도가 높아질수록 pH가 높아질수록 도금율이 증가하는 것을 확인할 수 있다. 하지만 온도가 65°C 이상으로 높아지고 pH가 10 정도가 되면 powder의 뭉침 현상이 일어나게 되었다. 그러므로 이러한 결과를 바탕으로 pH9에서 55°C에서 가장 우수한 도금력을 가진다고 사료된다.

참고문헌

- [1] 송태환, 순천향대학교 대학원 2004학년도 석사학위논문, 플라즈마를 이용한 PC의 표면처리와 도금, 2004
- [2] 김우철, 서진호, 서영미, 순천향대학교 2004학년도 학위논문, 전리수와 플라즈마를 이용한 ABS 수지상의 무전해 Ni도금, 2004
- [3] 원국광, 발행처 : 한국표면처리공업신문사, 도금. 표면공학II, p.50-60
- [4] 이창언, 최순돈, "Carbon 분말상의 무전해도금", 한국표면공학회지, 28권1호, pp3-13, (1995)
- [5] 박희재, 오의경, 김선근*, 여태환, 알루미나 분체에의 니켈 무전해도금, 화학공학, 32(3), 358-366, 1994
- [6] Qiuyu Zhang, Min Wu, Wen Zhao, "Electrolessnickel plating on hollow glass microspheres", Applied Chemistry Department, Northwestern Polytechnical University, Xian, Received 23 October 2003; accepted in revised form 11 June 2004 Available online 14 August 2004
- [7] 배달희, 류호정, 선도원, 진경태, 이동규, 최정후, 건국대학교 화학공학과 학사논문, 한국에너지기술연구원 유동충기술연구센터 충북대학교 공업화학과, 기계적 교반유동층에서 미세입자의 최소 유동화 속도에 미치는 교반속도와 온도의 영향 (2004)
- [8] 공학박사 염희택, 이주선, 도금·표면처리, 문운당, p.266