

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200610018719.3

[51] Int. Cl.

G23C 18/00 (2006.01)

G23G 1/00 (2006.01)

G23C 18/30 (2006.01)

G23C 22/08 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 9 月 6 日

[11] 公开号 CN 1827848A

[22] 申请日 2006.4.5

[21] 申请号 200610018719.3

[71] 申请人 南昌大学

地址 330047 江西省南昌市北京东路 339 号

[72] 发明人 谢剑锋 张 华 宋路发

[74] 专利代理机构 江西省专利事务所
代理人 张 文

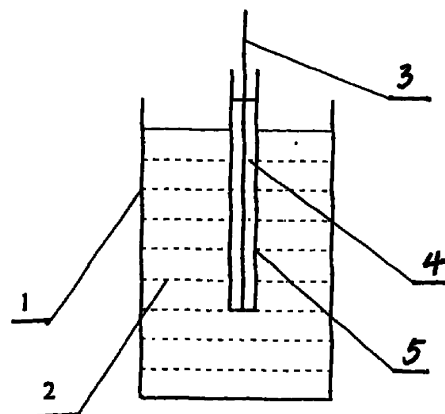
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺及其化学镀溶液

[57] 摘要

本发明公开了一种无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺及其化学镀溶液，它先对光纤进行镀前的预处理：去除保护层、除油、敏化和活化，然后对光纤进行化学镀镍合金，预处理无需粗化过程即可得到表面化学镀了镍磷合金的光纤。本发明在保证镀层质量前提下具有如下优点：(1) 不需要粗化过程就可以得到结合力较好的镀层；(2) 镀速较快；(3) 镀液稳定性良好；(4) 无镀层不连续的现象；(5) 设备简单、价格便宜。



1、一种无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺，其特征在于：

（一）、光纤镀前的预处理：

A、去除保护层：将石英光纤在室温下浸入丙酮中25~35分钟左右，取出后轻轻剥除其保护层，然后放在超声波清洗器中用去离子水洗8~12分钟，以清除去除保护层时的残留物；

B、除油：把去保护层后的光纤用无水酒精擦洗数遍，然后放在超声波清洗器中用无水酒精洗10~12分钟，取出用去离子水冲洗数遍后再放在超声波清洗器中用去离子水洗8~10分钟以彻底洗净油污；

C、敏化：称取5克氯化亚锡溶于5毫升盐酸中，然后用蒸馏水稀释到100毫升，光纤在敏化溶液中室温下敏化10~12分钟，然后放在超声波清洗器中用去离子水洗2~3分钟；

D、活化：活化液配方为：氯化钯 1g/L、盐酸 10ml/L，光纤在活化液中室温下浸泡10~15分钟，然后用超声波清洗2~3分钟；

（二）、化学镀镍磷合金：将经过预处理的光纤放入盛有化学镀溶液的化学镀装置中进行化学镀镍磷合金，即可得到表面化学镀了镍磷合金的光纤。

2、如权利要求1所述的无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺，其特征在于：所述化学镀装置由恒温水箱（1）和试管（3）组成，先在恒温水箱（1）中盛有水（2），然后将盛有化学镀溶液（4）的试管（3）放置在恒温水箱1的水（2）中，最后将欲镀镍磷合金的光纤（5）的一端伸入化学镀溶液（4）中。

3、如权利要求1所述的无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺的化学镀溶液，其特征在于：所述化学镀溶液的配方及工艺条件为：硫酸镍 25~28g/L、次亚磷酸钠 20~22g/L、丙酸 20~22mL/L、硼酸 20~22g/L、氟化钠 5mg/L、糖精 2mL/L、PH值 4.5~4.8、温度 84~86℃；配制方法为：先将硫酸镍、次亚磷酸钠、硼酸分别用去离子水溶解，然后再将溶解后的硫酸镍溶液、次亚磷酸钠溶液、硼酸溶液与丙酸、氟化钠和糖精混合在一起，搅拌均匀即得化学镀溶液。

4、如权利要求3所述的化学镀溶液，其特征在于：通过正交试验得到化学镀溶液的最佳配方及工艺为：硫酸镍 25g/L、次亚磷酸钠 20g/L、 $C_3H_7O_2$ 20mL/L、硼酸 20g/L、氟化钠 5mg/L、糖精 2mg/L、PH值 4.5、温度 86℃。

无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺及其化学镀溶液

技术领域

本发明涉及光纤表面处理工艺，尤其是涉及一种无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金工艺及其化学镀溶液。

背景技术：

近 20 年来，世界范围内光纤传感器的应用得到迅猛发展。与传统传感器相比，光纤传感器有下列独特的优点：它可以在强电磁干扰、高温高压、原子辐射、易爆、化学腐蚀等恶劣条件下使用，以及它的高灵敏度及低损耗的优点使其用途广泛。

智能材料与结构是将传感元件、驱动元件和控制系统集成在基体材料中，具有感知外界或内部状态与特性变化一类结构。虽然智能结构的应用范围十分广泛，但目前智能材料结构中应用最广泛的仍是以复合材料为基体的智能复合材料结构，以金属材料为基体的智能结构还很少，主要的原因就是传感器嵌入金属中非常困难，金属的熔化温度远高于复合材料，使得传感器难以经受高温的破坏，这就对光纤的保护提出了很高的要求。为了避免了光纤直接面对高温的破坏，要在光纤上电镀一层保护材料（0.5~1mm）以保护光纤，那么首先要对光纤表面进行金属化，表面金属化有真空镀膜、溅射、化学镀等多种方法。化学镀镍磷（Ni—P）合金表面处理工艺由于具有结合力好、结晶细致、深镀能力强以及镀层耐腐蚀和耐磨性好的特点，在各个领域得到广泛的应用。

由于裸光纤直径非常小（120 μ m左右），在其表面化学镀镍非常困难。目前关于光纤表面化学镀镍的论文国内外都发表较少，主要资料有：

1、电子科技大学：迟兰州，张声峰，何为，石英光纤表面镀镍钴合金研究，[J] 电镀与涂饰 1998年 第4期；

2、武汉理工大学：李小甫，姜德生等，石英光纤表面化学镀镍磷合金工艺，[J] 化工学报 2005 第1期；

3、National Chung Hsing University: Effect of the coating thickness and roughness on the mechanical strength and thermally induced stress voids in nickel-coated optical fibers prepared by electroless plating method, [J] Thin Solid Films 485 (2005) 169-175;

4、美国：Metallization of non-Hermetic optical fibers, [P] patent No.: US6251252B1.

以上资料所述的光纤化学镀镍方法的光纤预处理过程都要经过粗化，而且镀速相对较慢。并偶尔出现镀层不连续和镀液分解的现象。

粗化就是使基体表面呈微观粗糙不平，以提高镀层和基体的结合力。但粗化过程会对光纤的传输性能产生影响，用光纤多用表测量光纤在粗化前后的相对衰减。结果如表1所示

表 1 粗化对光纤传输性能的影响

时间 (min)	1	2	3	5	10	18	30	45
衰减 (dbm)	0.02	0.03	0.04	0.06	0.09	0.14	0.17	0.20

发明内容:

本发明的目的在于提供一种在保证镀层质量前提下光纤的预处理不经过粗化、镀速较快、无镀层不连续和镀液分解问题、设备简单、价格便宜的光纤表面化学镀镍磷合金工艺及其化学镀溶液。

本发明的目的是这样实现的:

(一)、光纤镀前的预处理:

A、去除保护层:将石英光纤在室温下浸入丙酮中25~35分钟,取出后轻轻剥除其保护层,然后放在超声波清洗器中用去离子水洗8~12分钟,以清除去除保护层时的残留物;

B、除油:把去保护层后的光纤用无水酒精擦洗数遍,然后放在超声波清洗器中用无水酒精洗10~12分钟,取出用去离子水冲洗数遍后再放在超声波清洗器中用去离子水洗8~10分钟以彻底洗净油污;

C、敏化:称取5克氯化亚锡溶于5毫升盐酸中,然后用蒸馏水稀释到100毫升,光纤在敏化溶液中室温下敏化10~12分钟,然后放在超声波清洗器中用去离子水洗2~3分钟;

D、活化:活化液配方为:氯化钯 1g/L、盐酸 10ml/L,光纤在活化液中室温下浸泡10~15分钟,然后用超声波清洗2~3分钟;

(二)、化学镀镍磷合金:将经过预处理的光纤放入盛有化学镀溶液的化学镀装置中进行化学镀镍,即可得到表面化学镀了镍磷合金的光纤。

所述化学镀溶液的配方及工艺条件如下:硫酸镍($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 25~28g/L、次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 20~22g/L、丙酸($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$) 20~22mL/L、硼酸(H_3BO_3) 20~22g/L、氟化钠(NaF) 5mg/L、糖精 2mL/L、PH值 4.5~4.8、温度 84~86℃;配制方法为:先将硫酸镍($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、硼酸(H_3BO_3)分别用去离子水溶解,然后再将溶解后的硫酸镍溶液、次亚磷酸钠溶液、硼酸溶液与丙酸($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$)、氟化钠(NaF)和糖精混合在一起,搅拌均匀即得化学镀溶液。

所述化学镀装置由恒温水箱和试管组成,先在恒温水箱中盛有水,然后将盛有化学镀溶液的试管放置在恒温水箱的水中,最后将欲镀镍磷合金的光纤的一端伸入化学镀溶液中,即可对光纤进行无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金。

本发明具有如下优点:

(1)不需要粗化过程就可以得到结合力较好的镀层:将光纤放在120℃的烘箱中一个小时,没有发现镀层有开裂、起皮或剥落;

(2)镀速较快:用镀前和镀后的重量差除以光纤的长度和时间得到单位时间单位长度重量的增加值平均为达到0.35mg/cm. hour;

(3)在镀液中加入PdCl₂溶液进行稳定性试验,发现镀液经8 h后无分解迹象,表明镀液稳定性良好;

(4)肉眼观察和金相显微镜(HAL100型 德国Zeiss公司)相结合的方法,没有发现镀层不连续的现象;

(5)设备简单、价格便宜。

附图说明:

图1为本次发明所使用的化学镀装置的结构示意图;

图2为在最佳工艺条件下采用镶嵌研磨的方法用金相显微镜(HAL100)观察到的光纤镀后(放大250倍)的剖面图;

图3为在最佳工艺条件下光纤化学镀后用玻璃进行化学镀得到的X射线衍射结果图,X射线衍射图为宽化的漫散射峰,说明镀层表面主要为非晶态的镍磷合金镀层。

具体实施方式:

下面结合实施例并对照附图对本发明进行进一步的说明。

实施例1:

(一)、光纤镀前的预处理:

A、去除保护层:将石英光纤在室温下浸入丙酮中25分钟左右,取出后轻轻剥除其保护层,然后放在超声波清洗器中用去离子水洗8分钟,以清除去除保护层时的残留物;

B、除油:把去保护层后的光纤用无水酒精擦洗数遍,然后放在超声波清洗器中用无水酒精洗10分钟,取出用去离子水冲洗数遍后再放在超声波清洗器中用去离子水洗8~10分钟以彻底洗净油污;

C、敏化:称取5克氯化亚锡溶于5毫升盐酸中,然后用蒸馏水稀释到100毫升,光纤在敏化溶液中室温下敏化10分钟,然后放在超声波清洗器中用去离子水洗2分钟;

D、活化:活化液配方为:氯化钯 1g/L、盐酸 10ml/L,光纤在活化液中室温下浸泡10分钟,然后用超声波清洗2分钟;

(二)、化学镀镍磷合金:将经过预处理的光纤放入盛有化学镀溶液的化

学镀装置中进行化学镀镍，即可得到表面化学镀了镍磷合金的光纤。

所述化学镀溶液的配方及工艺条件如下：硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 25g/L、次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 20g/L、丙酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$) 20mL/L、硼酸 (H_3BO_3) 20g/L、氟化钠 (NaF) 5mg/L、糖精 2mL/L、PH值 4.5、温度 86℃；配制方法为：先将硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、硼酸 (H_3BO_3) 分别用去离子水溶解，然后再将溶解后的硫酸镍溶液、次亚磷酸钠溶液、硼酸溶液与丙酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$)、氟化钠 (NaF) 和糖精混合在一起，搅拌均匀即得化学镀溶液。

所述化学镀装置由恒温水箱 1 和试管 3 组成，先在恒温水箱 1 中盛有水 2，然后将盛有化学镀溶液 4 的试管 3 放置在恒温水箱 1 的水 2 中，最后将欲镀镍磷合金的光纤 5 的一端伸入化学镀溶液 4 中，即可对光纤 5 进行无粗化的光纤表面化学镀镍磷合金。

实施例 2:

(一)、光纤镀前的预处理:

A、去除保护层：将石英光纤在室温下浸入丙酮中 35 分钟左右，取出后轻轻剥除其保护层，然后放在超声波清洗器中用去离子水洗 12 分钟，以清除去除保护层时的残留物；

B、除油：把去保护层后的光纤用无水酒精擦洗数遍，然后放在超声波清洗器中用无水酒精洗 12 分钟，取出用去离子水冲洗数遍后再放在超声波清洗器中用去离子水洗 8~10 分钟以彻底洗净油污；

C、敏化：称取 5 克氯化亚锡溶于 5 毫升盐酸中，然后用蒸馏水稀释到 100 毫升，光纤在敏化溶液中室温下敏化 12 分钟，然后放在超声波清洗器中用去离子水洗 3 分钟；

D、活化：活化液配方为：氯化钯 1g/L、盐酸 10ml/L，光纤在活化液中室温下浸泡 15 分钟，然后用超声波清洗 3 分钟；

(二)、化学镀镍磷合金：将经过预处理的光纤放入盛有化学镀溶液的学镀装置中进行化学镀镍，即可得到表面化学镀了镍磷合金的光纤。

所述化学镀溶液的配方及工艺条件如下：硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 28g/L、次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 22g/L、丙酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$) 22mL/L、硼酸 (H_3BO_3) 22g/L、氟化钠 (NaF) 5mg/L、糖精 2mL/L、PH值 4.8、温度 84℃；配制方法为：先将硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、硼酸 (H_3BO_3) 分别用去离子水溶解，然后再将溶解后的硫酸镍溶液、次亚磷酸钠溶液、硼酸溶液与丙酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$)、氟化钠 (NaF) 和糖精混合在一起，搅拌均匀即得化学镀溶液。

实施例 2 的化学镀装置与实施例 1 相同。

实施例 3:

(一)、光纤镀前的预处理:

A、去除保护层：将石英光纤在室温下浸入丙酮中 30 分钟左右，取出后轻轻

剥除其保护层，然后放在超声波清洗器中用去离子水洗10分钟，以清除去除保护层时的残留物；

B、除油：把去保护层后的光纤用无水酒精擦洗数遍，然后放在超声波清洗器中用无水酒精洗11分钟，取出用去离子水冲洗数遍后再放在超声波清洗器中用去离子水洗8~10分钟以彻底洗净油污；

C、敏化：称取5克氯化亚锡溶于5毫升盐酸中，然后用蒸馏水稀释到100毫升，光纤在敏化溶液中室温下敏化11分钟，然后放在超声波清洗器中用去离子水洗3分钟；

D、活化：活化液配方为：氯化钯 1g/L、盐酸 10ml/L，光纤在活化液中室温下浸泡12分钟，然后用超声波清洗3分钟；

(二)、化学镀镍磷合金：将经过预处理的光纤放入盛有化学镀溶液的化学镀装置中进行化学镀镍，即可得到表面化学镀了镍磷合金的光纤。

所述化学镀溶液的配方及工艺条件如下：硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 26g/L、次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 21g/L、丙酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$) 21mL/L、硼酸 (H_3BO_3) 21g/L、氟化钠 (NaF) 5mg/L、糖精 2mL/L、PH值 4.6、温度 85℃；配制方法为：先将硫酸镍 ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、次亚磷酸钠 ($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)、硼酸 (H_3BO_3) 分别用去离子水溶解，然后再将溶解后的硫酸镍溶液、次亚磷酸钠溶液、硼酸溶液与丙酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$)、氟化钠 (NaF) 和糖精混合在一起，搅拌均匀即得化学镀溶液。

实施例3的化学镀装置与实施例1相同。

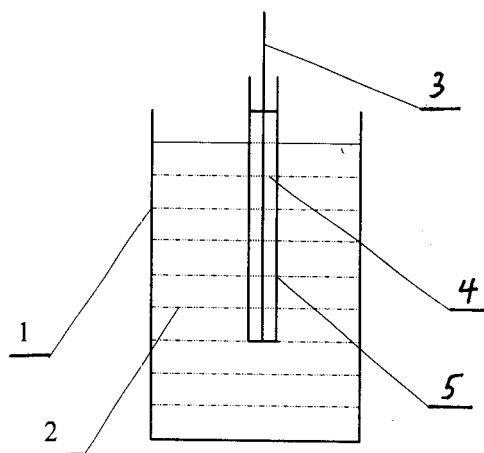


图 1

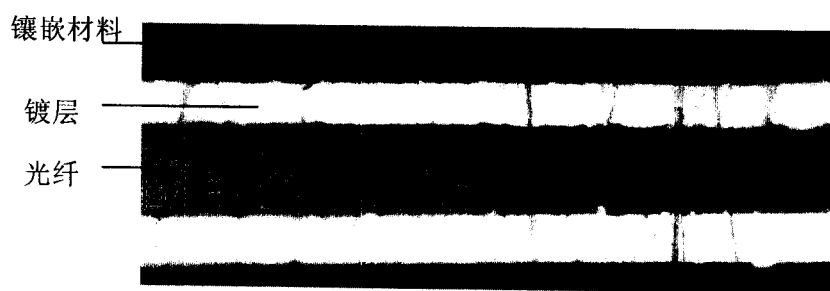


图 2

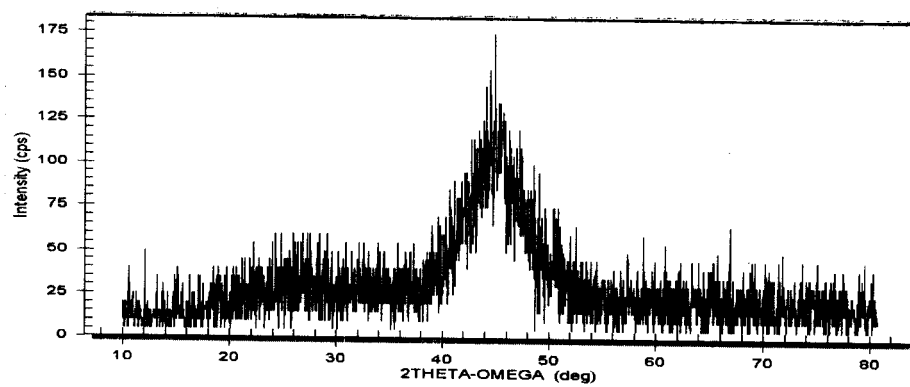


图 3