

# Cu 包覆纳米 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 复合粉体的化学镀法制备

陆东梅, 王清周, 赵立臣, 杨瑞霞

(河北工业大学, 天津 300130)

**摘要:** 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的力学性能优异, 是一种理想的 Cu 基纳米复合材料的增强体, 然而其与 Cu 基体的润湿性较差。为了改善其与 Cu 基体的润湿性, 增强界面的结合力, 通过化学镀工艺在其表面镀 Cu, 并采用 SEM、TEM、XRD 和 EDS 系统研究了镀液中络合剂及还原剂类型、镀液温度及施镀条件等重要因素对化学镀过程、镀膜质量的影响, 进而优化了施镀工艺, 获得了粒径均一、分散良好的 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉体, 为  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}$  纳米复合材料的制备打下了良好的基础。

**关键词:** 化学镀 Cu; 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 双络合剂; 还原剂; 施镀条件

中图分类号: TB333; TQ153.1<sup>+</sup>4

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)05-1259-05

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}$  是目前研究得最为充分的弥散强化 Cu 基复合材料。该材料不仅强度、硬度高, 导电性及导热性与纯 Cu 相近, 而且还具有良好的抗电弧侵蚀和抗磨损能力, 是一种极具应用前景的高性能材料<sup>[1-4]</sup>。最新研究表明, 新一代高性能的 Cu 基复合材料必须采用纳米级增强相, 即开发 Cu 基纳米复合材料。因为纳米级增强相有着强烈阻碍位错、晶界、亚晶界运动的作用, 从而可以产生高效的强化效果<sup>[5,6]</sup>。然而对于  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}$  纳米复合材料, 由于纳米级  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒与常规尺寸增强相相比具有异常高的比表面积, 大量原子处于颗粒表面而使得纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒具有很高的表面能与表面结合能, 因此纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒本身极易团聚, 从而难以保证其在纳米复合材料的制备过程中仍保持其纳米级尺寸, 同时亦难做到使其在 Cu 基体中高度弥散分布。另外, 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒与 Cu 基体的润湿性较差, 通常会恶化材料的界面结合状况, 造成材料的电导率下降, 并使得材料在交变载荷下疲劳问题突出, 从而大大影响了其优异性能的发挥。目前解决这一问题的有效方法是在纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒的表面均匀镀覆一层 Cu 膜。目前常用的陶瓷颗粒表面镀覆金属膜的方法主要包括共沉淀法、球磨法、还原法和化学镀法等<sup>[7-10]</sup>。在这些方法中, 化学镀法制备出的粉体具有分散均匀、表面金属含量可控的特点, 应用前景最为广阔。

然而, 由于纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒粒径小、表面曲率大、反应活性低, 且镀覆 Cu 膜较薄, 因此, 采用化学镀工艺要成功实现其表面 Cu 膜的均匀镀覆难度很大。

截至目前为止, 人们已对化学镀过程中镀液的 pH 值、陶瓷颗粒的  $\zeta$  电位、分散和粗化时间、陶瓷颗粒的装载量、施镀时间等对施镀过程及镀膜质量的影响进行了广泛与系统的考查<sup>[11-14]</sup>, 但镀液中络合剂及还原剂类型、镀液温度及施镀条件等重要因素对化学镀过程、镀膜质量的影响方面的研究却仍然不够深入。因此, Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉体的化学镀工艺仍不完善, 尚需人们进一步对其进行研究与改进。鉴于此, 本研究拟继续采用化学镀工艺对 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉体进行制备, 以期进一步完善相关工艺, 并为 Cu 基纳米复合材料界面微结构的优化和综合性能的进一步提高做出贡献。

## 1 实验

纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体系采用溶胶-凝胶工艺制备而得, 微观形貌示于图 1 中。由图 1a 可以看出, 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒粒径均一, 分散良好。纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体化学镀 Cu 的工艺流程示于图 2 中。具体包括以下几个步骤: 1) 将 50 mL 浓 HCl 加入到 50 mL 去离子水中, 搅拌均匀制得表面粗化液。然后将纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒加入到表面粗化液中, 水浴加热至 100 °C 并充分搅拌 10 min, 之后待粉体静置沉降后, 将粉体取出, 并用去离子水将其洗至中性。2) 采用一步法在由  $\text{PdCl}_2$ 、 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、HCl、NaCl 配成的溶液中对表面粗化后的纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体进行敏化、活化处理。3) 将活化、敏化后纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体清洗后加入到表 1 所列成分的镀液中进行化学镀 Cu; 4) 将 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉体进行清

收稿日期: 2014-05-11

基金项目: 河北省自然科学基金 (E2012202015)

作者简介: 陆东梅, 女, 1975 年生, 博士生, 实验师, 河北工业大学信息工程学院, 天津 300130, 电话: 022-60435632, E-mail: ludongmei2005@163.com

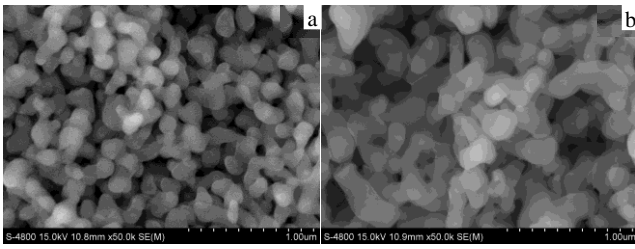


图 1 纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉体的 SEM 照片

Fig.1 SEM images of nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders: (a) before coarsening and (b) after coarsening

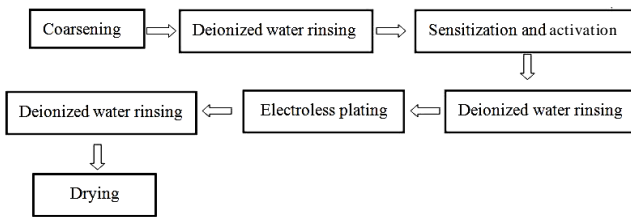


图 2 化学镀流程图

Fig.2 Flow process diagram of electroless plating

表 1 化学镀液成分

Table 1 Ingredients of the electroless plating solution	
Solution composition	Concentration
CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	30 g/L
CH <sub>3</sub> OH	100 mL/L
HCHO	30 mL/L
NaOH	16 g/L
EDTA-2Na	30 g/L
C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> O <sub>6</sub> KNa·4H <sub>2</sub> O	14 g/L
K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]·3H <sub>2</sub> O	10 mL/L

洗，之后在 60 °C 进行干燥处理。

利用扫描电子显微镜 (SEM, S-4800) 及 EDS 系统、透射电子显微镜 (TEM, JEM-2100) 对所得复合粉体的微观形貌及化学成分进行表征与分析；利用 X 射线衍射仪 (XRD, Philips X' Pert Pro MPD) 对复合粉体进行物相分析。

## 2 结果及分析

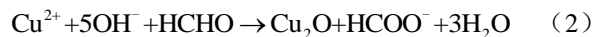
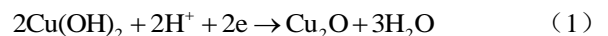
### 2.1 粗化处理对纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒形貌的影响

为增大纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒的比表面积，从而为 Cu 膜的形成提供更多形核位置，实验中首先利用 HCl 对纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒进行了表面粗化处理。由图 1b 可以看出粉体在粗化后，部分颗粒的表面出现了凸起和凹坑，同时颗粒粒径略有增大，且少量粉体颗粒间出现了团聚。分析认为，纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒在 HCl 中遭受腐蚀以后，表面的粗糙化使颗粒的比表面积进一步增大。颗粒表面原子配位的严重不足及大量表面悬挂键的存

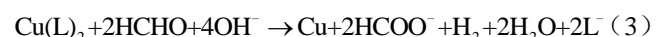
在，使得纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒的表面能和表面吸附能进一步升高。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒为降低高的表面能相互间便具有了更强的团聚趋势。但纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒表面的粗糙化却十分有利于敏化、活化后活性粒子的吸附及 Cu 膜与 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒间结合力的增大。在敏化过程中，Sn<sup>2+</sup> 以胶体颗粒形式吸附在粗糙的纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒表面，待活化处理时，Pd<sup>2+</sup> 作为氧化剂会被 Sn<sup>2+</sup> 还原，其化学反应式为：Pd<sup>2+</sup> + Sn<sup>2+</sup> → Sn<sup>4+</sup> + Pd，最终 Pd 以纳米颗粒形式沉积在纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒表面<sup>[15]</sup>。这些具有催化活性的 Pd 金属层是化学沉积的结晶中心，其会使得纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒表面具有较强的催化活性，在随后的化学镀过程中能够促进 Cu 层顺利形成。纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒的化学镀覆机理示于图 3 中。

### 2.2 络合剂类型对施镀过程的影响

镀液中的 Cu<sup>2+</sup> 是自然环境和所制得 Cu 包覆纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 复合粉体污染的主要来源。当溶液中含有 Cu<sup>2+</sup> 时，式 (1)<sup>[16,17]</sup> 和式 (2)<sup>[18]</sup> 所示的反应将可能发生：



因此，Cu<sub>2</sub>O 将会在溶液中产生，而 Cu<sub>2</sub>O 的存在会使得 Cu 膜的导电性能受到破坏，同时会降低 Cu 膜与纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒间的结合强度，进而破坏 Cu 基纳米复合材料的界面微结构，造成材料综合性能下降<sup>[16]</sup>。除此之外，Cu<sub>2</sub>O 的出现还会消耗镀液里的有效成分，造成资源浪费，提高材料生产成本。因此，化学镀过程中必须杜绝 Cu<sub>2</sub>O 的产生。由上所述可知，Cu<sub>2</sub>O 产生的根本原因是溶液中含有游离的 Cu<sup>2+</sup>，在现有研究中，人们通常选用适当的 Cu<sup>2+</sup> 的络合剂来解决这一问题。在络合剂辅助作用下，化学镀 Cu 过程中在具催化活性的纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒表面将发生式 (3) 所示的反应<sup>[19]</sup>：



式中，L 代表络合剂，HCHO 为还原剂。式 (3) 表明，络合态的 Cu<sup>2+</sup> 最终会被 HCHO 还原成纯 Cu，并沉积在纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒表面形成 Cu 膜。由式 (3) 还可以看出，伴随 Cu<sup>2+</sup> 被还原的过程，会有 H<sub>2</sub> 放出，因此，镀液中

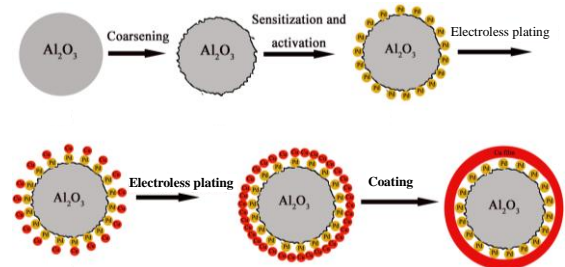


图 3 纳米 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒镀 Cu 过程示意图

Fig.3 Schematic of Cu deposition on the surface of nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle

有无气泡产生也是镀膜过程是否已经开始的标志。

研究中常用的  $\text{Cu}^{2+}$  的络合剂为 EDTA-2Na 和  $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 考虑到二者与  $\text{Cu}^{2+}$  的络合系数分别为 18.86 和 6.15<sup>[20]</sup>, 人们通常多选择络合能力较高的 EDTA-2Na 作为单一的络合剂<sup>[21]</sup>。本研究亦以  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN}_6)] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  为稳定剂, 以 EDTA-2Na 为单一络合剂而进行了大量的施镀实验。结果发现, 当  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的浓度较低时镀膜未能成功, 而当  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  浓度提高到 45 g/L 以上时, 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面才可成功镀覆一层 Cu 膜, 然而施镀过程结束后镀液仍呈蓝色, 这表明镀液中仍有大量  $\text{Cu}^{2+}$  剩余, 从而如上所述会提高材料制备的成本, 并会对环境污染留下隐患。分析认为, 镀膜过程中采用 EDTA-2Na 为单一络合剂时, EDTA-2Na 极强的络合作用会使得络合态  $\text{Cu}^{2+}$  难以释放, 从而造成  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  浓度较低时施镀难以成功, 而  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  浓度较高时, 虽可施镀成功, 但会造成大量  $\text{Cu}^{2+}$  剩余, 同时使得 Cu 膜厚度的可控性变差。为此, 本研究尝试采用了 EDTA-2Na 和  $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  双络合剂的方案(浓度如表 1 所示), 结果发现, 当  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  浓度降低为 30 g/L 或更低时, 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面都会均匀镀覆一层光亮的 Cu 膜, 且镀后镀液基本为无色, 说明  $\text{Cu}^{2+}$  几乎全部被还原成了单质 Cu。通过双络合剂方法, 镀液中无  $\text{Cu}^{2+}$  剩余, 这既降低了制备成本, 又提高了所得材料的纯度以及纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面 Cu 含量的可控性。

### 2.3 镀液温度及施镀条件对镀膜质量的影响

本研究采用表 1 所列镀液成分, 在 pH 值为 12.5 的碱性条件下, 通过改变镀液温度及施镀条件而进行了大量施镀实验。实验首先在室温且不施加超声波的条件下进行, 结果发现镀液中无反应发生, 待纳米粉静置沉淀后仍为纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  白粉。而后, 实验改为在室温并施加超声波的条件下进行。在开始的 20 min 内, 溶液中无  $\text{H}_2$  放出, 反应未进行。至 20 min 后, 反应开始, 这说明镀液中的化学反应需要一定的孕育时间, 这在已有的研究中尚未见有详细的报道。反应在约 20 min 后停止, 静置沉淀后发现, 纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面已成功镀覆了一层红色的金属 Cu。分析认为, 超声波可有助于纳米粉在镀液中始终保持均匀分散, 极大提高了其与镀液中反应成分的接触几率, 同时超声波在一定程度上加大了镀液中微观粒子的运动能量, 从而促进了还原反应的进行。同时, 超声波又可使得反应产物  $\text{H}_2$  更容易从表面脱附, 这同样有助于镀膜过程的进行和纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面 Cu 膜的均匀镀覆。然而, 在此实验条件下, 待反应结束后观察发现, 镀液仍呈蓝色, 表明镀液中有  $\text{Cu}^{2+}$  剩余。

图 4a 示出了在该条件下所制得的 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉体。由图可以看出, 所得复合粉粒径均一, 除少量颗粒间发生团聚外, 分散性较好。然而由相应 EDS 分析结果来看, Cu 含量(质量分数)仅为 3.2%。随后, 施镀实验改为在 50~70 °C 间的温水浴中进行, 施镀条件同样分别为施加和未施加超声波辅助。2 种实验条件下, 反应前的孕育期都明显缩短, 仅为 1~2 min, 且反应都在大约 10 min 内即可完成。这应是由于较高温度下, 镀液中微观粒子的活性及纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面微观 Pd 粒子的催化性能都明显提高之故, 从而使得镀速明显加快。然而, 在 2 种条件下, 均在镀液中发现了片状单质 Cu 的存在, 这说明镀液发生了自分解现象。

为了防止镀液的自分解, 后续实验中对施镀温度与控制条件进行了改进。施镀首先在未施加超声波的 50~70 °C 间的温水浴中进行, 待刚刚观察到气泡产生, 迅速移至室温的超声波水浴中继续施镀。结果发现 Cu 膜的镀覆过程十分平稳, 施镀大约在 15 min 之内完成, 施镀结束后, 镀液几乎为无色, 这说明施镀反应进行得十分充分。图 4b 所示为在该条件下所制得的 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉料的 SEM 照片。由图可以看出, 所得复合粉粒径均一且分散良好, 而由相应 EDS 分析结果可知, Cu 含量高达 28.79%。根据文献报道, 在施镀的初始阶段由于纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  表面布满了经敏活化后所形成的大量的催化中心, 因此反应开始时镀速较快; 随着纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  表面逐渐被催化活性很低的 Cu 包覆, 镀速逐渐减小<sup>[11]</sup>。因此, Cu 膜增重主要发生在反应的初始阶段。本实验中施镀的初始阶段系于 50~70 °C 间的温水浴中完成的, 这既有效缩短了孕育时间, 又显

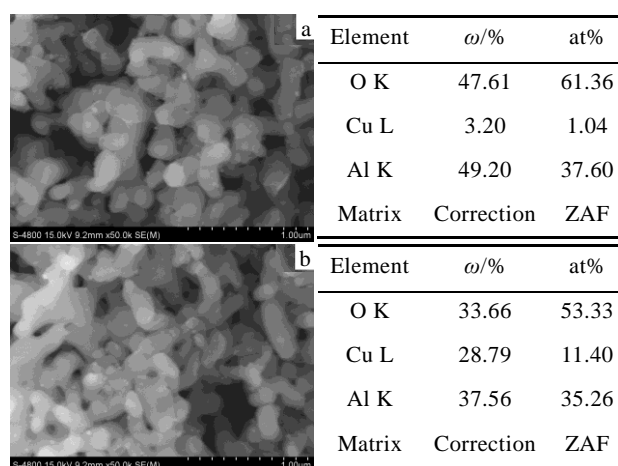


图 4 铜包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体的 SEM 照片及 EDS 分析 (HCHO 为还原剂)

Fig.4 SEM images and EDS results of Cu wrapped nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  powders (reduced by HCHO): (a) room temperature and (b) 50~70 °C

著提高了镀液中  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的利用率；电镀中后期系于室温的超声波水浴中完成，随着时间延长，原本较高的镀液温度迅速下降，因此有效降低了镀液中微观粒子的反应活性、控制了中后期的反应速率，从而杜绝了镀液的自分解，并使得反应稳定进行。图 5 所示为在该条件下所制得的 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体的 TEM 照片。由图可以看出，纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面均匀镀覆了一层 Cu 膜，且每 2~5 个颗粒相互连接（颗粒间连接颈清晰可见），使得复合粉料以短链形式存在。由于短链中所含  $\text{Al}_2\text{O}_3$  较少，且  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒并未直接接触，其在使用中并不会影响对 Cu 基体的弥散强化效果。

图 6 为在该条件下制得的 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体的 XRD 分析结果。由图可以看出，粉体除了  $\text{Al}_2\text{O}_3$  及 Cu 的衍射峰外，并无其他杂相峰存在。这说明利用本实验所述工艺可以从根本上杜绝  $\text{Cu}_2\text{O}$  的产生，从而提高了原材料的利用率，并保证了最终所得复合粉料的高纯度。进一步观察发现，Cu 的衍射峰像  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的一样，亦出现了明显的宽化，这表明复合粉料中 Cu 颗粒的尺寸很小，其高的表面能使得复合粉料颗粒间易发生联并，这正可解释图 5 所示复合粉料短链形成的原因。高的表面能和表面吸附能亦有利于改善复合粉料与 Cu 基体的界面微结构，从而可提高 Cu 基纳米复合材料的综合性能。

2.4 还原剂类型对纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒表面镀膜质量的影响  
本研究中采用了 HCHO 为还原剂，然而，众所周

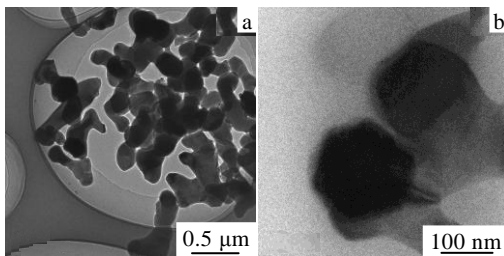


图 5 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体的 TEM 照片(HCHO 为还原剂)  
Fig.5 TEM images of Cu wrapped nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  powders (reduced by HCHO)

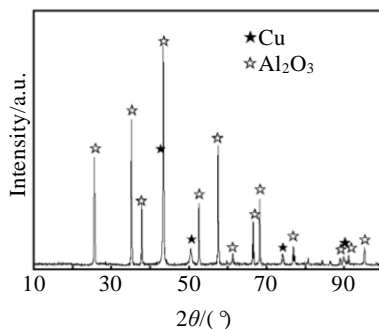


图 6 铜包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体的 XRD 图谱

Fig.6 XRD pattern of Cu wrapped nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  powders

知 HCHO 对人体极其有害。人类长期接触即使是低浓度的 HCHO 也可引发呼吸功能障碍和肝中毒性病变。除此之外，HCHO 亦为人类的第一类致癌物质，并可引发白血病。因此，为保护人类健康，化学镀 Cu 很有必要另寻其他可替代性还原剂。本工作对  $\text{NaPO}_2\text{H}_2$  的还原效果行了研究。观察电镀过程发现，采用  $\text{NaPO}_2\text{H}_2$  为还原剂时在图 4a、4b 所用的 2 种条件下镀速都较以 HCHO 为还原剂时要快，反应时间分别约为 15 和 12 min。镀后镀液呈淡蓝色，这说明还原反应并未完全进行。图 7 示出了在上述 2 种条件下以  $\text{NaPO}_2\text{H}_2$  为还原剂所获得的 Cu 包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  复合粉料的 SEM 照片。与同条件下以 HCHO 为还原剂所获得的粉料相比，粉料粒径的均匀性略差（尤其是含 Cu 量较高时）。同时由 EDS 分析结果可知，2 种条件下其 Cu 含量均略低于以 HCHO 为还原剂的情况。因此，综合以上实验结果可知，以  $\text{NaPO}_2\text{H}_2$  为还原剂的化学镀 Cu 工艺更适宜应用于对最终性能要求不高且机械化程度较低、以人工操作为主的行业领域。

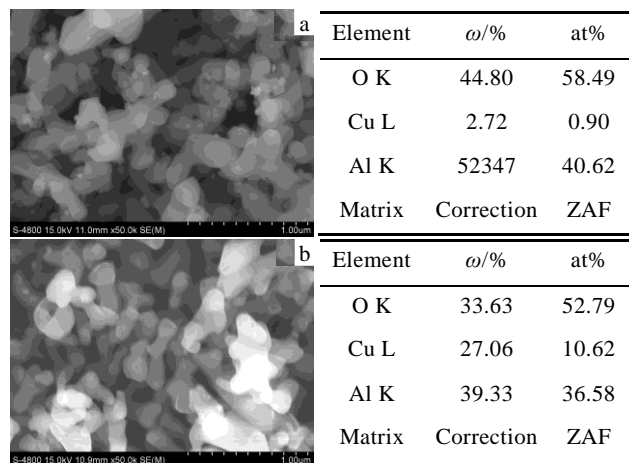


图 7 铜包覆纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉体的 SEM 照片及 EDS 分析 ( $\text{NaPO}_2\text{H}_2$  为还原剂)

Fig.7 SEM images and EDS results of Cu wrapped nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  powders (reduced by  $\text{NaPO}_2\text{H}_2$ ): (a) room temperature and (b) 50~70 °C

3 结 论

1) 采用 EDTA-2Na 为单一络合剂时，由于其过强的络合作用，使得  $\text{Cu}^{2+}$  难以释放而产生剩余。而采用 EDTA-2Na、 $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  双络合剂的方案，可有效降低  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  的浓度，同时使得电镀平稳进行，且镀后无  $\text{Cu}^{2+}$  剩余。

2) 采用先在 50~70 °C 间的温水浴中孕育并开始反应、然后在超声波室温水浴中完成反应的电镀方案

可有效缩短孕育时间、显著提高镀液中 CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O 的利用率及中后期反应速率的可控性,并可杜绝镀液的自分解,最终获得较高质量的 Cu 膜。

3) 以 NaPO<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 替代 HCHO 为还原剂同样可以施镀成功,但在同条件下所得 Cu 膜略薄、复合粉料粒径均匀性略差。

#### 参考文献 References

- [1] Shabana Y M, Karihaloo B L, Zhu H X *et al.* *Composites: Part A*[J], 2013, 46: 140
- [2] Nasiri H, Vahdati Khaki J, Zebbarjad S M. *J Alloy Compd*[J], 2011, 509: 5305
- [3] Zhang X W, Tian B H, Zhao R L *et al.* *Rare Metal Mater Eng*[J], 2011, 40(S3): 253
- [4] Guo Mingxing(郭明星), Wang Mingpu(汪明朴), Li Zhou(李周) *et al.* *Materials for Mechanical Engineering*(机械工程材料)[J], 2005, 29: 1
- [5] Xu Wei(许玮), Hu Rui(胡锐), Liu Yiwen(刘懿文) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(9): 1616
- [6] Dai Weili(代卫丽), Liang Shuhua(梁淑华), Xiao Peng(肖鹏) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(3): 477
- [7] Li G J, Huang X X, Guo J K. *Mater Res Bullet*[J], 2001, 36: 1307
- [8] Puclin T, Kaczmarek W A. *J Alloy Compd*[J], 1998, 266: 283
- [9] Hae Jin Hwang, Motohiro Toriyama, Tohru Sekino *et al.* *J Euro Ceramic Soc*[J], 1998, 18: 2193
- [10] Kim I S, Lee S K. *Scrip Mater*[J], 2005, 52: 1045
- [11] Duan Zhiwei(段志伟), Zhang Zhenzhong(张振忠), Lu Chunhua(陆春华) *et al.* *Surface Technology*(表面技术)[J], 2006, 35: 11
- [12] Cui Sheng(崔升), Shen Xiaodong(沈晓冬), Xiao Su(肖苏) *et al.* *Powder Metallurgy Technology*(粉末冶金技术)[J], 2008, 26: 281
- [13] Wang H, Jia J F, Song H Z *et al.* *Ceramics International*[J], 2011, 37: 2181
- [14] Mehmet Uysal, Ramazan Kararlioglu, Ahmet Alp *et al.* *International*[J], 2013, 39: 5485
- [15] Yuan Hailong(袁海龙), Feng Yi(凤仪). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2004, 14(4): 665
- [16] Bindra P, Roldan J M, Arbach G V. *IBM J Res Dev*[J], 1984, 28: 679
- [17] Shu J, Grandjeanb P A, Kaliaguine S. *Ind Eng Chem Res*[J], 1997, 36: 1632
- [18] Matsuoka M, Yoshida Y, Iwakura C. *J Electrochem Soc*[J], 1995, 142: 87
- [19] Wu Xuegao(伍学高), Li Minghua(李铭华), Huang Weicheng(黄渭成). *Electroless Plating Technology*(化学镀技术)[M]. Chengdu: Sichuan Scientific and Technical Publishers Press, 1985
- [20] Zhang Daoli(张道礼). *Materials Protection*(材料保护)[J], 2000, 33(4): 324
- [21] Fan Qiyi(范启义), Ling Guoping(凌国平), Li Jian(郇剑). *Materials Science and Technology*(材料科学与工艺)[J], 2002, 10(4): 357

## Fabrication of Cu Coated Nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Powders by an Electroless Plating Method

Lu Dongmei, Wang Qingzhou, Zhao Lichen, Yang Ruixia  
(Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

**Abstract:** Nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is a promising reinforcing material of Cu based nano-composites due to its unique mechanical properties. However, the wetting property of Cu matrix and nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> is poor. The wetting property and the interfacial strength between nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Cu matrix would be improved through electroless plating a Cu film on nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders. Effects of key factors of complexing agent and reducing agent in bath, bath temperature and bath operating condition on the electroless plating process as well as the quality of the Cu film were studied by SEM, TEM, XRD and EDS. The plating process was then optimized, and the Cu coated nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite powders with uniform size and good dispersion were finally obtained. All these work will construct a steady base for the fabrication of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cu nano-composites.

**Key words:** electroless Cu plating; nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; double complexing agent; reducing agent; operating condition

Corresponding author: Yang Ruixia, Ph. D., Professor, School of Information Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, P. R. China, Tel: 0086-22-60436758, E-mail: yangrx@hebut.edu.cn