

研究简报

化学镀 Ni-P-La 合金工艺研究

蒋荣荣

(淮安市环境监测中心站, 江苏 淮安 223001)

[摘要] 研究了在铁基合金表面化学镀 Ni-P-La 的工艺, 探讨了化学镀 Ni-P-La 合金工艺中主盐 NiSO_4 、 NaH_2PO_2 、络合剂及稀土元素的用量对化学镀镀速、镀层质量及镀液稳定性的影响. 结果表明: 最佳配方为 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 用量为 35 g/L、 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 用量为 30 g/L、丁二酸和苹果酸的浓度分别控制在 20 g/L 和 15 g/L、 $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 的浓度控制在 1.7 mg/L 时, 以最佳配方及最佳工艺所得的镀液, 其镀层形成较快, 镀液的稳定性良好, 镀层光亮、致密, 耐腐蚀性强.

[关键词] 化学镀, Ni-P-La 合金, 稀土元素, 工艺

[中图分类号] TQ153.2, [文献标识码] B, [文章编号] 1672-1292-(2004)04-0076-03

由于化学镀技术具有镀层厚度均匀、孔隙率低, 能在金属和非金属表面沉积等特点, 尤其相对于电镀能耗较低, 且具有一定的装饰性能, 因此化学镀在工业中的应用日益广泛^[1~6]. 复合化学镀可以在金属表面形成一层合金表面, 因其具有的优良的性能越来越被人们关注. 本文研究了主盐、配合剂、还原剂、稀土元素及其配比对化学镀镀速的影响. 研究结果表明, 添加适当浓度的稀土元素可以改善镀层的耐磨性和抗腐蚀性能.

1 实验

1.1 试剂

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、丁二酸和苹果酸均为工业级, $\text{Pb}(\text{AC})_2$ 、 $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 及硫酸为化学纯.

1.2 实验方法

1.2.1 镀液组成

镀液的基本组成为 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (35 g/L)、 $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (30 g/L)、丁二酸 (20 g/L)、苹果酸 (15 g/L)、 $\text{Pb}(\text{AC})_2$ (25 mg/L)、 $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ (17 mg/L), 并通过改变某成分浓度、而其它成分浓度不变, 来研究其对镀层和镀速的影响.

1.2.2 工艺条件和流程

施镀时间为 30 min, 温度为 $86 \pm 2^\circ\text{C}$, 镀液 pH 为 6.8, 其工艺流程如下:

A3 钢片 (2 × 5 cm) 打磨 → 氧化镁粉除油 → 水洗 → 稀硫酸活化 → 水洗 → 施镀 → 水洗 → 晾干.

1.2.3 沉积速度的测定

采用增重法测定镀速及镀层厚度.

2 结果与讨论

2.1 镀液组成对镀速和镀层的影响

2.1.1 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度的影响

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 是化学镀 Ni-P-La 合金所用镀液的主盐, 其浓度的变化对镀速和镀层有较大影响. 采取上述工艺条件, 并维持其他组成不变, 通过改变 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的浓度, 研究其浓度变化对镀速和镀层的影响, 结果见图 1 所示. 可见, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度为 35 g/L 时, 镀速最大; 若继续增大 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的浓度, 不但镀速开始下降, 镀层粗糙, 而且镀液稳定性降低, 有少量镍颗粒析出, 因此镍盐浓度控制在 35 g/L 左右为宜.

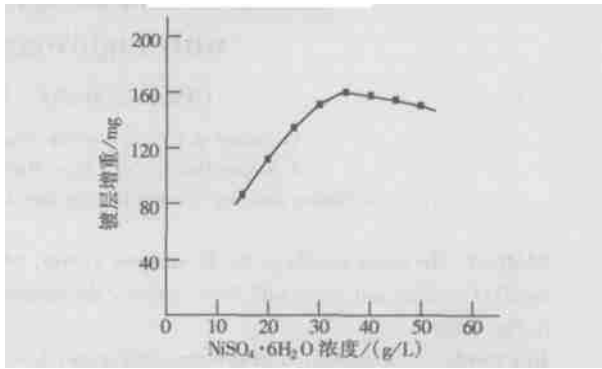


图 1 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 浓度对镀速的影响

收稿日期: 2004-07-25.
作者简介: 蒋荣荣 (1966-), 女, 工程师, 主要从事无机化学的教学与研究. E-mail: jrr8869999@163.com

2.1.2 NaH₂PO₂·H₂O 浓度的影响

NaH₂PO₂·H₂O 也是镀液的主盐之一, 在其它条件不变的情况下, 其浓度的变化对镀速及镀液的稳定性影响也很大, 结果见图 2.

由图 2 可见, 随 NaH₂PO₂·H₂O 浓度的增大, 镀速明显增大; 当达到 30 g/L 时, 镀速最大; 继续增大 NaH₂PO₂·H₂O 浓度, 镀速又呈下降趋势, 且镀层无光泽. 故控制 NaH₂PO₂·H₂O 浓度在 30 g/L 左右为宜.

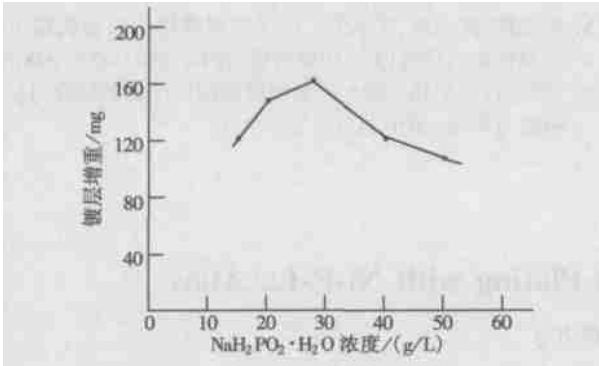


图2 NaH₂PO₂ 浓度对镀速的影响

2.1.3 丁二酸和苹果酸浓度的影响

本实验采用的是复合配体(丁二酸+ 苹果酸). 苹果酸是一种简单的羟基羧酸, 既起配合剂作用, 又起缓蚀剂作用, 一般与羧酸类配合剂联合使用效果尤佳. 丁二酸及苹果酸对镀层质量的影响分别见图 3 和图 4.

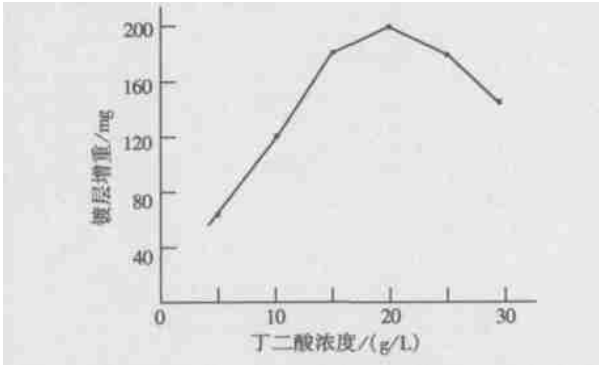


图3 丁二酸浓度对镀速的影响

由图 3、图 4 可见, 丁二酸和苹果酸的浓度分别控制在 20 g/L 和 15 g/L 左右, 镀速最高, 且镀层较好.

2.1.4 稀土元素对镀速及镀液稳定性的影响

稀土元素(RE) 包括了 15 个镧系元素和钪元素, 共 16 个元素. 由于稀土元素具有独特的电子层结构和化学性能, 使稀土元素及其化合物在材料科学领域中的应用越来越广泛. 文献资料表明, 在化学镀溶液中加入少量的稀土化合物后, 可以改善镀

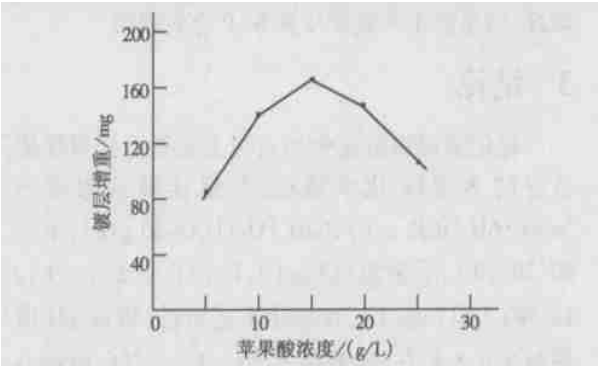


图4 苹果酸浓度对镀速的影响

液的分散能力和深镀能力, 增强镀层的硬度和耐腐蚀性等. 本实验研究了适量 La(NO₃)₃ 对化学镀 Ni-P-La 合金的镀液稳定性及镀速的影响, 其结果见图 5. 由图 5 可见, 随着 La(NO₃)₃ 浓度的逐渐增大, 镀速明显增大, 至 17 mg/L 时, 镀速最大, 若继续增大 La(NO₃)₃ 的浓度, 镀速明显降低, 且镀液稳定性亦降低. 建议 La(NO₃)₃ 的浓度控制在 17 mg/L 左右.

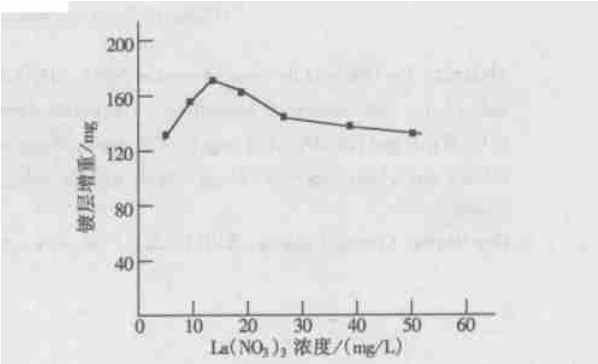


图5 La(NO₃)₃ 浓度对镀速的影响

此外, Pb(AC)₂ 也是镀液的组分之一, 它起着稳定剂的作用, 经研究其用量不可过大, 在 25 mg/L 左右效果最佳.

2.2 温度、镀液 pH 值对镀速的影响

pH 值也是影响镀速及镀液稳定性的重要因素之一. 研究结果表明, 用最佳含量配制的镀液, 由于 pH 值的不同, 所得镀层质量亦有显著变化, 当镀液 pH 值在 6.8 左右时, 镀速较快, 且镀液稳定性好.

温度对化学镀 Ni-P(La) 合金也有很大影响, 一般需较高的温度, 采用稀土添加剂后, 镀液温度在 86±2℃即可达到很好的效果.

采用上述最佳镀液组成, 镀液 pH 值控制在 6.8 左右, 施镀温度 86±2℃, 时间 30 min, 经多次重复施镀, 结果表明该镀层工艺镀速较快, 镀液稳定, 镀层均匀、致密, 经耐 10% 食盐水及 2% H₂S 腐蚀性实验表明, 本工艺获得的 Ni-P-La 镀层耐腐蚀性

较好,明显强于未镀铁片及 Ni-P 合金镀层.

3 结论

在化学镀镍溶液中加入稀土元素可获得性能良好的Ni-P-La 化学镀层. 其最佳镀液组成为 NiSO₄•6H₂O (35 g/L)、NaH₂PO₂•H₂O (30 g/L)、丁二酸(20 g/L)、苹果酸 (15 g/L)、Pb (AC)₂ (25 mg/L)、La(NO₃)₃(17 mg/L), 在最佳工艺条件(镀液 pH 值控制在 6.8 左右, 施镀温度 86 ± 2℃、时间 30 min) 下, 镀速较快, 镀液稳定, 镀层具有较好腐蚀性.

[参考文献]

[1] 王红艳, 叶向荣, 刘琴, 等. 钢铁表面 Ni-Sn-P 合金镀层组成及其耐蚀性[J]. 应用化学, 1999, 16(5) : 45 - 48.

[2] 黄新民, 邓宗钢. 热处理工艺对化学沉积 Ni-P-SiC 复合镀层耐磨性的影响[J]. 材料保护, 1996, 29(3) : 11 - 13.

[3] 刘珍, 刘燕萍. 化学复合镀 Ni-P-Cr₂O₃ 合金研究[J]. 材料保护, 1998, 31(11) : 5 - 7.

[4] Lin Kwanglung, Lai Pojen. Structure and Properties of Electroless Ni-P-Al₂O₃ Deposies[J]. Plating and Surface Finishing, 1989, 76(1) : 48.

[5] 隋忠祥, 张云琨, 张洪哲. 化学镀镍硼稀土合金镀层工艺与性能的研究[J]. 功能材料, 1997, 28(4) : 435 - 438.

[6] 杨胜奇, 张弘伟. 稀土添加剂镀镍耐蚀性能的研究[J]. 电镀与环保, 2001, 21(1) : 23 - 24.

A Process Research on Chemical Plating with Ni-P-La Alloy

JIANG Rongrong

(Huaian Environmental Monitoring Center, Huaian 223001, China)

Abstract: The effects of the concentration of NiSO₄•6H₂O, NaH₂PO₂•H₂O, compound ligands and rare elements (RE) on the bath solution were researched respectively. The results show that the optimal fomulae are N SO₄• 6H₂O- 35 g/L, NaH₂PO₂• H₂O- 30 g/L and La(NO₃)₃l. 7-mg/L. The coating obtained via optimal bath solution and conditions secure an relatively better stability and a higher increase of coat weight, with its surface having a metallic luster and higher density and excellent corrosion resistance.

Key words: Chemical plating, Ni-P-La alloy, rare elements, process

[责任编辑: 刘健]